

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CONTRIBUTION À L'ÉTUDE ET AU
DÉVELOPPEMENT DE POUDRES AUTOTREMPANTES
À COMPRESSIBILITÉ AMÉLIORÉE

PHILIPPE BEAULIEU
PROGRAMME DE GÉNIE MÉTALLURGIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)
DÉCEMBRE 2004



Library and
Archives Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Published Heritage
Branch

Direction du
Patrimoine de l'édition

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 0-494-01277-3

Our file Notre référence

ISBN: 0-494-01277-3

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

CONTRIBUTION À L'ÉTUDE ET AU
DÉVELOPPEMENT DE POUDRES AUTOTREMPANTES
À COMPRESSIBILITÉ AMÉLIORÉE

présenté par: BEAULIEU Philippe

en vue de l'obtention du diplôme de: Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. BAÏLON Jean-Paul, D.Sc.A., président

M. L'ESPÉRANCE Gilles, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. TURENNE Sylvain, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

La réalisation de ce projet de maîtrise n'aurait pas été possible sans la contribution de plusieurs personnes. En premier lieu, j'aimerais remercier mon directeur de recherche Gilles L'Espérance, pour sa patience, son dynamisme, ses conseils et son aide. Il a su me motiver et me faire confiance au cours des 4 années qu'a duré ce projet et son expérience m'as permis d'apprendre beaucoup.

J'aimerais également remercier tout le groupe du (CM)² que j'ai cotoyé tout au long de ce projet. J'aimerais remercier Fabrice Bernier, Patrick Boilard, Annie Bourdon, Élise Campeau, Éric Duchesne, Benoît Julien, Emmanuelle Landriault, Hugues L'Espérance, Martin Miller, Pascal Murray, Philippe Plamondon et Isabelle Tarquini, qui m'ont suivi en partie ou en totalité durant ce projet. Les discussions et échanges avec le groupe ont beaucoup apporté à mon apprentissage et ma compréhension de la matière traitée dans ce mémoire. Leur aide technique et temporelle a également été beaucoup appréciée. Sans oublier le climat de travail agréable et stimulant régnant au (CM)². J'aimerais également remercier tous le personnel technique, Jean Claudinon, Josée Laviolette et Carole Massicotte pour leur aide dans certains aspects essentiels de ce projet.

Je tiens aussi à remercier la compagnie Domfer Poudres Métalliques qui est à l'origine de ce projet. Leur soutien financier a été grandement apprécié, ainsi que de la disponibilité des différents équipements mis à notre disposition. Merci aussi au personnel de Domfer, Carl Blais, Jean-Louis Charlebois, Micheline Cormier et Éric Perrier pour leur aide et leur disponibilité.

J'aimerais finalement remercier mes parents et amis pour leur encouragement et support durant la durée de ce projet.

RÉSUMÉ

La métallurgie des poudres permet la production de pièces relativement complexes à des coûts relativement faibles. Les poudres d'acier constituent une grande part de marché des poudres, principalement à cause des propriétés mécaniques élevées de l'acier par rapport à son faible coût. L'utilisation des poudres autotrempantes permet de produire des pièces présentant des microstructures martensitiques et bainitiques lors du refroidissement contrôlé après le frittage. Les éléments couramment utilisés dans les poudres autotrempantes sont le Cr, Mo, Mn, Ni et Cu. Ces éléments d'alliages augmentent la trempabilité des aciers et généralement les propriétés mécaniques. Cependant, l'ajout d'éléments d'alliages a pour effet de durcir la poudre par plusieurs mécanismes tel le durcissement par solution solide, la précipitation de carbures et de nitrures et par la présence d'oxydes. Le durcissement des poudres nuit à la compressibilité et limite la densité maximale à cru et fritté des pièces qu'il est possible d'atteindre. Des densités plus élevées résultent en des propriétés mécaniques élevées.

Le but de ce projet est donc de développer de nouvelles poudres autotrempantes et d'étudier l'effet de différents paramètres sur l'autotrempabilité et la compressibilité des poudres. Les différents éléments d'alliage n'ont pas le même effet sur la compressibilité des poudres et leur autotrempabilité. Parmi les éléments d'alliages couramment utilisés, le molybdène est celui qui semble donner le meilleur compromis. Le Mo augmente beaucoup l'autotrempabilité, est très peu oxydable et n'est pas trop néfaste sur la compressibilité. C'est pour ces raisons que nous avons développé et étudié des poudres alliées principalement au Mo. Nous avons également étudié l'effet du vanadium sur l'autotrempabilité et la compressibilité. Le vanadium est généralement utilisé dans l'industrie de l'acier corroyé, mais son utilisation dans le domaine de la métallurgie des poudres est à peu près inexistant. L'effet du vanadium sur la trempabilité est relativement connu, mais

son effet sur la compressibilité est peu connu. Nous avons aussi étudié l'effet du cuivre sur la compressibilité et l'autotrempabilité de poudres autotrempantes. Le cuivre est largement utilisé sous forme d'ajout (1% à 3% Cu) aux mélanges dans l'industrie des poudres autotrempantes. Cependant, nous avons étudié l'effet de la technique d'alliage du cuivre dans les poudres autotrempantes. L'étude a été réalisée pour des teneurs standards (2%Cu) et pour des teneurs plus élevées (5%Cu et 10%Cu).

Nous avons développé et étudié plusieurs traitements pouvant influencer la compressibilité et l'autotrempabilité. Des techniques de réduction pour les oxydes et des traitements pour réduire la teneur en carbone ont été étudiées, ainsi que l'effet des profils de refroidissement sur l'autotrempabilité.

Pour étudier l'effet des différents paramètres sur la compressibilité, des courbes de compressibilité ont été générées. Afin d'éliminer l'effet de la granulométrie, des reconstructions granulométriques ont été effectuées sur certaines poudres. Dans les cas où la quantité de poudres était trop faible, la microdureté des particules a été utilisée pour estimer l'effet des paramètres sur la compressibilité. L'autotrempabilité des poudres a été évaluée à l'aide de diagrammes d'autotrempabilité qui donnent la dureté d'échantillons frittés en fonction du taux de refroidissement et du % de martensite dans la microstructure.

Étant donné que les poudres autotrempantes sont utilisées principalement pour leur propriétés mécaniques élevées, nous avons évalué et étudié certaines propriétés mécaniques des quelques poudres autotrempantes développées. La dureté, la ténacité et la résistance à la traction sont les trois propriétés mécaniques que nous avons étudiées.

Les poudres alliées uniquement au molybdène (XP36SP2 et MP51FM) et principalement alliées au molybdène (MP59FM) présentent une bonne compressibilité (6,68, 6,67 et 6,69g/cm³ à 30tsi (414MPa) et granulométrie de base). L'autotrempabilité des poudres alliées uniquement au molybdène est relativement faible (Taux de refroidissement criti-

que, $T_c = 121$ et 53°C/min) lorsqu'austénitisées à 1000°C . Cependant, lorsque ces poudres sont austénitisées à 1120°C , leur autotrempabilité s'en trouve beaucoup améliorée ($T_c = 67$ et 33°C/min). La MP59FM présente une bonne autotrempabilité à 1000°C ($T_c = 45^\circ\text{C/min}$).

Le vanadium améliore l'autotrempabilité des poudres même en petite quantité. La poudre de base pour tester l'effet du vanadium est la MP59FM (1,5%Mo et 0,5%Ni). 3 teneurs différentes en vanadium ont été ajoutées (0,18%, 0,24% et 0,55%) pour obtenir les poudres suivantes MP58FM₍₁₎, MP58FM₍₂₎ et MP58FM_(3,4,5). Les taux critiques de refroidissement pour la MP59FM, la MP58FM₍₁₎, la MP58FM₍₂₎ et la MP58FM₍₄₎ sont les suivants : 45, 40, 36 et 26°C/min pour une température d'austénitisation de 1000°C . Cependant, l'effet du vanadium est relativement néfaste sur la compressibilité, principalement à cause de sa forte tendance à l'oxydation.

L'étude de l'alliage du cuivre dans les poudres autotrempantes montre que le cuivre allié en grande quantité (5% et 10% Cu) améliore beaucoup la trempabilité de poudre de trempabilité moyenne (XP36SP2, MP51FM et MP52). Avec l'ajout de 5%Cu ou 10%Cu, $T_c < 21^\circ\text{C/min}$. Cependant, le cuivre allié est relativement néfaste sur la compressibilité, mais il est possible à l'aide de traitements thermiques d'améliorer cette compressibilité. Au contraire, lorsque une teneur élevée en cuivre est ajoutée au mélange, la compressibilité est améliorée, mais à cause de la cinétique de diffusion du cuivre, tout le cuivre ne pénètre pas totalement à coeur, ce qui rend le cuivre moins performant. Lorsque 10%Cu est ajouté ou allié, les propriétés mécaniques diminuent. La dureté, la ténacité et la résistance à la traction présentent des valeurs plus faibles avec 10%Cu.

Il nous a été possible d'améliorer la compressibilité des poudres alliées à l'aide de traitements thermiques appropriés. Des essais sous vide et la réduction sous gaz permettent d'améliorer la compressibilité de poudres dont le contenu en oxygène et en carbone est problématique comme les MP58FM_(1, 2, 3, 4, 5).

ABSTRACT

Powder metallurgy allows the production of complex near-net-shape parts at low cost. Steel powders are widely used in powder metallurgy. Steels parts have high mechanical properties and are relatively cheap. Martensitic and bainitic microstructures can be achieved with sinter-hardenable powders directly in the cooling zone after sintering. Cr, Mo, Mn, Ni and Cu are the most used alloying elements in steels. They improve hardenability of steel as well as mechanical properties. However, alloying elements are detrimental to compressibility. They harden the powders by solid solution hardening, carbides and nitrides precipitation and as a result of the presence of oxides. The decrease of compressibility limits the maximum density that can be achieved, which is directly in relation with mechanical properties. Generally, high density parts have better properties.

The main objectives of this project is to develop new sinter-hardenable powders and to study the effect of different parameters to obtain good sinter-hardenable powders with high compressibility. Each alloying element have their particular effects on compressibility and sinter-hardening. Molybdenum is one of these elements which is good for sinter-hardenability, not too detrimental to compressibility and its oxide is easily reducible. It is for these reasons that we developed powders mainly alloyed with molybdenum. We also studied the effect of vanadium on sinter-hardenability and compressibility. Vanadium is usually used in wrought steels, but is rarely used in steel powders. Vanadium greatly enhances hardenability, but its effects on compressibility is unknown. The effects of copper also have been investigated on sinter-hardenability and compressibility. Copper is widely used ad-mixed (1% - 3% Cu) with sinter-hardenable powders. We have studied the effect of ad-mixed copper as well as alloyed at 2% and at higher contents (5% and 10%) on compressibility and sinter-hardenability.

We also investigated several treatments to improve compressibility and hardenability. We have studied oxides and carbides reduction treatments to improve compressibility and cooling profiles to study hardenability.

To study the effect of the different parameters, compressibility curves have been used. To neglect the effect of size distribution of the powders on compressibility, size distribution reconstructions have been performed. In the case where enough powder was not available to perform compressibility curves, microhardness of the powders particles was used to estimate compressibility. Sinter-hardenability have been studied with diagrams who give the hardness of samples as a function of the cooling rate and the percentage of martensite in the microstructure.

Since sinter-hardenable powders are generally used for their high mechanical properties, we evaluated mechanical properties of some mixes of sinter-hardenable powders. Hardness, impact toughness and tensile strength are the three mechanical properties that we have studied.

Powders exclusively alloyed with Mo (XP36SP2 and MP51FM) and mainly alloyed with Mo (MP59FM) shows good compressibility (6,68, 6,67 and 6,69g/cm³ à 30tsi/414MPa and a standard granulometry). Sinter-hardenability of powders exclusively alloyed with Mo are relatively low (critical cooling rate, CCR = 121 and 53°C/min) when austenitized at 1000°C. However, at austenitizing temperature of 1120°C, the sinter-hardenability is greatly increased (CCR = 67 and 33°C/min). MP59FM shows good sinter-hardenability even when austenitized at 1000°C (CCR = 45°C/min).

Vanadium increases sinter-hardenability even when small amounts are alloyed. Different contents have been added to a base powder like the MP59FM (1,5%Mo and 0,5%Ni). Three different amounts of V were added : (0,18%V, 0,24%V and 0,55%V) to obtain MP58FM₍₁₎, MP58FM₍₂₎ and MP58FM_(3, 4, 5). Autenitized at 1000°C, the CCR of

MP59FM, MP58FM₍₁₎, MP58FM₍₂₎ and MP58FM₍₄₎ are 45, 40, 36 and 26°C/min). However, V is relatively detrimental to compressibility, mainly because it forms oxides easily.

The effect of high alloyed copper content (5% and 10% Cu) in sinter-hardenable powders is to greatly decrease the CCR (< 21°C/min) of moderate sinter-hardenable powders (XP36SP2, MP51FM and MP52). However, alloyed copper is relatively detrimental to compressibility, but some heat treatments can be used to improve the compressibility. When high amounts of copper is admixed to sinter-hardenable powders, the compressibility greatly increases. But, the diffusion of copper is less when copper is admixed than compared to alloyed copper and the sinter-hardenability is reduced. Large amounts of copper also affect mechanical properties. Additions of 10%Cu greatly reduce hardness, impact toughness and tensile strength.

With appropriate treatments (vacuum and gas reduction), it is possible to increase the compressibility of powders containing relatively large amounts of oxygen and carbon in powders like the MP58FM_(1, 2, 3, 4, 5).

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iv
RÉSUMÉ	v
ABSTRACT	ix
TABLE DES MATIÈRES	xii
LISTE DES TABLEAUX	xviii
LISTE DES FIGURES	xxiii
CHAPITRE 1 : INTRODUCTION	1
CHAPITRE 2 : REVUE DE LA LITTÉRATURE	4
2.1 Élaboration des poudres de fer (procédé Domfer)	4
2.2 Élaboration des pièces P/M	7
2.2.1 Élaboration des mélanges	7
2.2.2 Pressage	9
2.3 Facteurs influençant la compressibilité	10
2.3.1 Éléments d'alliage pré-alliés	11
2.3.2 Composition des mélanges	13

2.3.3	Effet des particules de deuxième phase	13
2.3.4	Distribution granulométrique	15
2.3.5	Morphologie des particules de poudres	17
2.4	Frittage et atmosphères	17
2.5	Trempabilité et autotrempabilité	19
2.5.1	Évaluation de la trempabilité - essais Jominy	20
2.5.2	Effet du carbone et de la taille de grains austénitique	22
2.5.3	Composition chimique et éléments d'alliages	23
2.5.4	Autotrempabilité	26
2.6	Propriétés mécaniques	28
2.6.1	Dureté des échantillons frittés	30
2.6.2	Ténacité	33
2.6.3	Résistance à la traction	35
CHAPITRE 3 : PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES		37
3.1	Élaboration des poudres expérimentales et des échantillons	37
3.1.1	Élaboration des poudres expérimentales	37
3.1.2	Échantillons pour évaluer la compressibilité et l'autotrempabilité	39
3.1.3	Échantillons pour évaluer la ténacité et la résistance à la traction	42
3.2	Montage expérimental	43
3.3	Caractérisation microstructurale des échantillons	45
3.3.1	Microscopie optique	46

3.3.2	Microscopie électronique à balayage	47
3.3.3	Microscopie électronique à transmission	47
3.3.4	Analyse d'image	47
3.4	Caractérisation physique et mécanique	50
3.4.1	Compressibilité	50
3.4.2	Dureté	50
3.4.3	Microdureté	51
3.4.4	Autotrempabilité	51
3.4.5	Ténacité	52
3.4.6	Résistance à la traction	52
CHAPITRE 4 : AUTOTREMPABILITÉ		53
4.1	Introduction	53
4.2	Autotrempabilité des poudres expérimentales	54
4.2.1	Effet du vanadium sur l'autotrempabilité	55
4.2.2	Effet du molybdène sur l'autotrempabilité	59
4.2.3	Performance de l'autotrempabilité des nouvelles poudres	66
4.2.4	Modélisation des courbes d'autotrempabilité (1000°C)	69
4.3	Effet du profil de refroidissement	69
4.3.1	Influence du taux de refroidissement à température élevée	70
4.3.2	Influence du profil de refroidissement sur l'autotrempabilité	72
4.4	Effets de la température de frittage	76

4.4.1	Autotrempabilité des poudres au molybdène à haute température ...	76
4.4.2	Modélisation des courbes d'autotrempabilité (1120°C)	77
4.4.3	Performances normalisées des poudres autotrempantes	78
4.5	Comparaison avec les résultats industriels	81
4.6	Conclusion	83
CHAPITRE 5 : COMPRESSIBILITÉ		85
5.1	Introduction	85
5.2	Traitements thermiques de réduction	86
5.2.1	Réduction sous vide	86
5.2.2	Réduction avec gaz réducteur	89
5.2.2.1	Traitement de réduction sous hydrogène	89
5.2.2.2	Réduction sous ammoniac dissocié	91
5.3	Traitements thermiques et précipitation des carbures	93
5.3.1	Optimisation de la composition chimique	94
5.3.2	Optimisation des traitements thermiques	98
5.4	Conclusion	100
CHAPITRE 6 : EFFET DU CUIVRE		103
6.1	Introduction	103
6.2	Techniques d'ajout du cuivre	103
6.2.1	Poudre ajoutée au mélange	104

6.2.2	Poudre alliée par diffusion	104
6.2.3	Poudre pré-alliée	105
6.3	Poudres expérimentales	105
6.4	Effet du cuivre sur l'autotrempabilité	105
6.4.1	Diagrammes d'autotrempabilité en dureté absolue	107
6.4.2	Diagrammes d'autotrempabilité en dureté relative	111
6.5	Diffusion et caractérisation du cuivre dans les poudres expérimentales. ...	116
6.5.1	Distribution spatiale du cuivre diffusé dans les poudres de base	116
6.5.2	Distribution spatiale du cuivre dans les échantillons frittés	120
6.6	Effet du cuivre sur la compressibilité	123
6.6.1	Cuivre ajouté	124
6.6.2	Cuivre allié	126
6.6.3	Cuivre allié et recuit	129
6.7	Synthèse des résultats des poudres au cuivre	131
6.8	Conclusion	138
CHAPITRE 7 : PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES		141
7.1	Introduction	141
7.2	Ténacité	141
7.3	Dureté	151
7.4	Résistance à la traction	156
7.5	Analyses des résultats normalisés avec la densité	162

7.6 Critère de performance des mélanges	166
7.7 Comparaisons avec les propriétés de mélanges standards	169
7.8 Conclusion	172
 CHAPITRE 8 : CONCLUSION	 174
 RÉFÉRENCES	 184

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1	Pression partielle de vapeur d'eau pour réduire certains oxydes en fonction de la température15
Tableau 2.2	Classes granulométrique utilisées pour caractériser les poudres expérimentales.16
Tableau 2.3	Composition de quelques atmosphères utilisées lors du frittage (German 1997)19
Tableau 2.4	Effet du %C et de la taille de grains γ sur D_{ic} d'un acier Fe-C23
Tableau 2.5	Effet de la teneur de certains éléments d'alliage sur ΔD_i et f_X25
Tableau 2.6	Diamètre critique (D_i) de quelques poudres autotrempantes standards et quelques poudres étudiées dans ce mémoire (le D_{ic} à été fixé à 1)26
Tableau 2.7	Niveau d'éléments d'alliage des poudres de base autotrempantes étudiées29
Tableau 2.8	Différentes classes de poudres alliées et trempantes provenant la norme MPIF Standards #35 (2003)30
Tableau 2.9	Effet de la densité sur un échantillon de fer sur la résistance à la traction et la ténacité (German 1998)34

Tableau 2.10	Effet du nickel et du cuivre ajoutés sur la ténacité et la résistance à la traction d'une poudre contenant 1,5%Mo ($T_{\text{fritage}} = 1120^{\circ}\text{C}$, $6,9\text{g/cm}^3$) (Engström, McLelland et Maroli 2002)	34
Tableau 2.11	Effet du nickel et du cuivre ajouté sur la ténacité et la résistance à la traction de la 737SH (1,25%Mo, 1,4%Ni) (Baran et al. 1999)	34
Tableau 3.1	Niveau d'éléments d'alliage des poudres autotrempantes	38
Tableau 3.2	Composition des poudres étudiées pour l'amélioration de la compressibilité	39
Tableau 3.3	Poudres expérimentales au cuivre	40
Tableau 3.4	Composition chimique des mélanges utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques	41
Tableau 4.1	Compositions chimiques des poudres autotrempantes	54
Tableau 4.2	Composition des mélanges A1	55
Tableau 4.3	Teneur des éléments en solution solide dans les poudres de MP58FM	57
Tableau 4.4	Temps pour débiter les transformations microstructurales lors d'un refroidissement continu en fonction de la teneur en nickel et en molybdène	66
Tableau 4.5	Granulométrie des poudres étudiées pour l'autotrempabilité	67

Tableau 4.6	Paramètres des courbes d'autotrempabilités modélisées (1000°C)	70
Tableau 4.7	Effet du taux de refroidissement variable à haute température	71
Tableau 4.8	Résultats des essais de maintien avec la MP58FM	74
Tableau 4.9	Paramètres des courbes d'autotrempabilités modélisées (1000°C et 1120°C)	78
Tableau 4.10	Granulométrie 1000B et 1000B*	79
Tableau 5.1	Composition des poudres étudiées pour l'amélioration de la compressibilité	86
Tableau 5.2	Traitements étudiés pour chacune des poudres	87
Tableau 5.3	Résultats des essais avec traitement sous vide	88
Tableau 5.4	Résultats des essais de réduction sous hydrogène	90
Tableau 5.5	Résultats des essais de réduction sous ammoniac	91
Tableau 5.6	Mélanges étudiés pour la précipitation des carbures	95
Tableau 5.7	Microdureté, %C et %O des différents mélanges après diffusion du graphite.	96
Tableau 6.1	Granulométrie typique du cuivre utilisé dans les mélanges	104

Tableau 6.2	Poudres expérimentales au cuivre élaborées	106
Tableau 6.3	Paramètres des courbes d'autotrempabilités modélisées pour l'effet du cuivre (voir équation 6.1)	113
Tableau 6.4	Taux critique des mélanges aux cuivre pour une dureté relative de 0,8	114
Tableau 6.5	Analyses quantitatives du cuivre des régions identifiées à la figure 6.11	119
Tableau 6.6	Ratio R des mélanges avec 5% Cu ajouté et 5%Cu allié	122
Tableau 6.7	Masse volumique des différents mélanges alliés et ajouté à une pression appliquée de 40tsi (552 MPa)	125
Tableau 6.8	Fraction de la phase riche en cuivre	128
Tableau 6.9	Tableau synthèse des résultats obtenus pour les différentes poudres et mélanges contenant du cuivre	132
Tableau 6.10	Paramètres de l'équation 6.5 pour modéliser la densité en fonction du % de cuivre présent dans le mélange ou la poudre. Le pourcentage de cuivre pour lequel ces paramètres sont valides est entre 2 et 10% ...	135
Tableau 7.1	Composition chimique des mélanges utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques	142
Tableau 7.2	Valeurs de dureté et ténacité	144

Tableau 7.3	Valeurs de dureté et de résistance à la traction	157
Tableau 7.4	Valeurs non normalisées et normalisées des propriétés mécaniques	164
Tableau 7.5	Critère de performance P_1	168
Tableau 7.6	Critère de performance P_2 pour les 10 meilleurs mélanges	168
Tableau 7.7	Différentes classes de poudres alliées et trempantes provenant la norme MPIF Standards #35 (2003) pour comparer avec les résultats de ce mémoire	169
Tableau 7.8	Valeurs normalisés des propriétés mécaniques à $6,78\text{g/cm}^3$ et valeurs des propriétés des mélanges MPIF Standards #35 (2003) estimées à une densité de $6,78\text{g/cm}^3$	171
Tableau 8.1	Tableau synthèse des résultats obtenus pour les différentes poudres et mélanges contenant du cuivre ($\rho_{\text{cru}}=6,8\text{g/cm}^3$, Cond. frit.: 1120°C 20min.)	177
Tableau 8.2	Tableau synthèse des propriétés mécaniques des poudres autotrepantes ($\rho_{\text{cru}}=6,8\text{g/cm}^3$, Cond. frit.: 1120°C 20min.)	178
Tableau 8.3	Tableau synthèse des propriétés mécaniques des poudres autotrepantes ($\rho_{\text{cru}}=6,8\text{g/cm}^3$, Cond. frit.: 1120°C 20min.)	182

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1	Procédé Domfer (De Rege 1998)5
Figure 2.2	Types de particules présentes dans une poudre alliée typique a) Particule d'oxyde de fer réduite (poreuse) b) Particules de grenaille broyée réduite (denses)6
Figure 2.3	Schéma d'un mélangeur double cône (University of Louisiana)8
Figure 2.4	Effet du ZnSt sur la densité à vert et la force d'éjection d'échantillons (German 1997)8
Figure 2.5	Schéma-type du pressage d'un échantillon (German 1997)9
Figure 2.6	Illustration du réarrangement et de la déformation des particules de poudres lors du pressage (German 1997)10
Figure 2.7	Différentes étapes subies par la poudre lors du pressage (German 1997)10
Figure 2.8	Effet des éléments d'alliage sur la compressibilité des poudres alliées (German 1997)11

Figure 2.9	Influence de la teneur en oxygène dans une poudre en fonction de la teneur de différents éléments d'alliage (Trudel, Gagné et Racicot 1991)	12
Figure 2.10	Influence de la teneur de différents éléments d'alliage en fonction de leur tendance à former des oxydes (Trudel, Gagné et Racicot 1991)	12
Figure 2.11	Effet de la dureté des particules sur la densité d'échantillons (German 1997)	13
Figure 2.12	Effet de la proportion de poudres dures et molles sur la compressibilité (German 1997)	14
Figure 2.13	Stabilité de différents oxydes en fonction de la température et de la pression partielle d'eau (German 1997)	15
Figure 2.14	Illustration d'une distribution granulométrique sur la densité d'une poudre (German 1997)	16
Figure 2.15	Influence de la morphologie sur la densité apparente des poudres (German 1997)	17
Figure 2.16	Profil thermique typique d'un four de frittage (German 1997)	18
Figure 2.17	Schéma d'un montage utilisé lors d'un essai Jominy (James 1998) ...	20
Figure 2.18	Schéma-type d'un échantillon Jominy (James 1998)	21

Figure 2.19	Effet de la taille de grains austénitique et du carbone sur D_{ic} (Grossmann 1952)23
Figure 2.20	Effet de la teneur des éléments d'alliage dans les aciers sur le diamètre critique et les facteurs multiplicatifs (Grossmann 1952, Siebert, Doane et Breen 1977)24
Figure 2.21	Diagramme typique réalisé à l'aide de la méthode élaborée par Duchesne (2000)27
Figure 2.22	Montage expérimental utilisé pour évaluer l'autotrempabilité (Duchesne 2000)27
Figure 2.23	Nomenclature utilisée pour les poudres alliées autotrempantes (MPIF Standards #35 2003)29
Figure 2.24	Effet de la précipitation de carbures de molybdène en fonction de la teneur en molybdène lors d'un revenu (Bain et Paxton 1968)31
Figure 2.25	Dureté maximale de la martensite en fonction de la teneur en carbone (Baïlon, Dorlot et Masounave 1986)31
Figure 2.26	Effet de l'addition de cuivre et de carbone sur la densité d'échantillons pré-allié avec 1,5%Mo (Chagnon et Trudel 2002)32
Figure 2.27	Effet de la précipitation de carbures de vanadium en fonction de la teneur en vanadium lors d'un revenu (Bain et Paxton 1968)32

Figure 2.28	Effet du Mo sur la résistance à la traction d'un acier contenant 2,8%Mn, 1,7%Si et 0,7%Gr (Lindberg 1999)35
Figure 2.29	Effet de la teneur en Mo pré-allié, du Cu et du Ni ajoutés et du %C sur la résistance à la traction (St-Laurent, Poirier et Gagnon 2003)36
Figure 3.1	Schéma d'un échantillon TRS avec thermocouple pour l'évaluation de l'autotrempabilité42
Figure 3.2	Échantillon standard TRS pour l'évaluation de la compressibilité et de l'autotrempabilité42
Figure 3.3	Échantillons Izod utilisés pour évaluer la ténacité43
Figure 3.4	Dimensions des éprouvettes de traction selon la norme (MPIF standards #10 2002)44
Figure 3.5	Montage expérimental (Duchesne 2000)45
Figure 3.6	Fausse pièce attachée à un échantillon Izod permettant de contrôler son refroidissement45
Figure 3.7	Échantillon typique de poudre enrobé dans de la résine époxy46
Figure 3.8	Routine typique utilisée pour la quantification des différents constituants microstructuraux (aquisition de l'image)48
Figure 3.9	Routine typique utilisée pour la quantification des différents constituants microstructuraux (amélioration de l'image)48

Figure 3.10	Routine typique utilisée pour la quantification des différents constituants microstructuraux (seuillage)49
Figure 3.11	Routine typique utilisée pour la quantification des différents constituants microstructuraux (résultats)49
Figure 4.1	Autotrempabilité des poudres MP59FM, MP58FM ₍₁₎ , MP58FM ₍₂₎ et MP58FM ₍₄₎ austénitisées à 1000°C56
Figure 4.2	a), b) Nitrures de vanadium c) Carbure de molybdène et vanadium58
Figure 4.3	Autotrempabilité des poudres XP36SP2 et MP51FM59
Figure 4.4	Micrographies de structures duplexes (bainite et martensite) d'échantillons de MP51FM autotrempés60
Figure 4.5	Autotrempabilité de la MP51FM, la MP59FM et la MP52FM61
Figure 4.6	Influence d'une augmentation de la teneur en molybdène d'un acier austénitisé à 845°C contenant approximativement 0,43%C, 0,68% Mn et 0,25% Si sur les transformations isothermes. La courbe rouge représente un acier contenant peu de molybdène (0,009% Mo) et la courbe noire représente un acier contenant une quantité plus importante de molybdène (0,029% Mo)(Archer, Briggs et Loeb 1948)62
Figure 4.7	Effet du molybdène sur les courbes de transformations de refroidissement continu d'un acier contenant approximativement 0,39% C, 0,3% Si et 0,8% Mn (Witold)63

Figure 4.8	Effet du molybdène sur les courbes de transformations de refroidissement continu d'un acier contenant approximativement 0,36% C, 0,3% Si, 0,8% Mn et 0,7%Ni (Witold)64
Figure 4.9	Effet du molybdène sur les courbes de transformations de refroidissement continu d'un acier contenant approximativement 0,37% C, 0,3% Si, 0,8% Mn et 1,4%Ni (Witold)65
Figure 4.10	Autotrempabilité des poudres expérimentales et compressibilité67
Figure 4.11	Autotrempabilité et compressibilité des poudres expérimentales68
Figure 4.12	Essais de refroidissement variable à haute température sur la MP52FM71
Figure 4.13	Essais de maintien à 870°C lors du refroidissement d'échantillons de MP58FM ₍₁₎73
Figure 4.14	Détails des profils de refroidissement après maintien d'échantillons de MP58FM ₍₁₎75
Figure 4.15	Effet de la température d'austénitisation sur l'autotrempabilité77
Figure 4.16	Performances normalisées de l'autotrempabilité et de la compressibilité80
Figure 4.17	Résultats d'ensembles de trempabilité frittés dans des fours industriels82

Figure 5.1	Résultats des essais avec traitement sous vide	88
Figure 5.2	Résultats des essais de réduction sous hydrogène	90
Figure 5.3	Résultats des essais de réduction sous ammoniac	92
Figure 5.4	Contribution à la limite élastique des métaux en fonction de la taille des précipités (University of Liverpool)	93
Figure 5.5	Microdureté, %C et %O des différents mélanges après diffusion du graphite.	97
Figure 6.1	Effet du cuivre sur l'autotrempabilité des mélanges de XP36SP2 ...	107
Figure 6.2	Diagramme d'équilibre Fe-Cu	108
Figure 6.3	Micrographies de la XP36SP2 a) 10%Cu ajouté (44,9°C/min - 13,2HRC) b) 10%Cu allié (33,4°C/min - 31,4HRC)	109
Figure 6.4	Effet du cuivre sur l'autotrempabilité des mélanges de MP51FM ...	109
Figure 6.5	Effet du cuivre sur l'autotrempabilité des mélanges de MP52	110
Figure 6.6	Effet du cuivre sur l'autotrempabilité des mélanges de MP58FM ...	111
Figure 6.7	Diagrammes d'autotrempabilités de tous les mélanges avec cuivre en dureté relative	112

Figure 6.8	Taux critique des mélanges aux cuivre pour une dureté relative de 0,8	115
Figure 6.9	Micrographies de particules de poudre de MP51FM A) 10% Cu allié B) 5% Cu allié C) 2% Cu allié	117
Figure 6.10	Spectres rayons X dans les particules de poudre de MP51FM a) MP51FM + 10%Cu allié b) MP51FM + 2%Cu allié	118
Figure 6.11	Analyses quantitatives réalisées sur des particules de MP51FM réalisées à l'aide d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde 1) MP51FM + 10% Cu allié 2) MP51FM + 5% Cu allié 3) MP51FM + 2% Cu allié	119
Figure 6.12	Micrographies d'échantillons de MP51FM trempés à l'eau après austénitisation a) MP51FM + 5% Cu allié b) MP51FM + 5% Cu ajouté	120
Figure 6.13	Teneurs en cuivre libre des échantillons d'autotrempabilité	121
Figure 6.14	Courbes de compressibilité des mélanges avec cuivre ajouté	126
Figure 6.15	Courbes de compressibilité des mélanges avec cuivre allié	127

Figure 6.16	Particules arrondies lors du broyage d'un mélange contenant 10%Cu allié128
Figure 6.17	Courbes de compressibilité des mélanges avec cuivre allié et recuits130
Figure 6.18	Microdureté en fonction du taux critique de refroidissement et de la densité à 40 tsi133
Figure 6.19	Modélisation de la densité apparente en fonction de la teneur en cuivre allié ou ajouté134
Figure 7.1	Valeurs de ténacités143
Figure 7.2	Micrographies des échantillons de MP51FM contenant 2% (a) et 10% (b) de cuivre ajouté147
Figure 7.3	Effets de différents paramètres sur la ténacité148
Figure 7.4	Valeurs de duretés151
Figure 7.5	Effets de différents paramètres sur la dureté153
Figure 7.6	Micrographies de la MP52 avec a) 10%Cu allié et b) 10%Cu ajouté154
Figure 7.7	Effet de a) 10% et b) 2% cuivre allié sur la porosité de la MP52155
Figure 7.8	Valeurs de résistance à la traction157

Figure 7.9	Éprouvette de traction présentant une rupture problématique à l'extrémité de l'échantillon	158
Figure 7.10	Effet de différents paramètres sur la résistance à la traction	160
Figure 7.11	Microstructures des échantillons de traction avec a) 2%Cu b) 10%Cu	161
Figure 7.12	Micrographies des surfaces de ruptures des éprouvettes de traction a)MP52FM (présence de MnS à la surface) b)MP52 (sans MnS à la surface)	162
Figure 7.13	Propriétés mécaniques normalisées à une masse volumique de 6,78 g/cm ³ et non normalisées a) Dureté apparente b) Ténacité c) Résistance maximale à la traction	165
Figure 8.1	Taux critique en fonction du %V global et non-oxydé	180

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

Le domaine de la métallurgie des poudres existe depuis de nombreuses années. Les domaines d'applications sont d'autant plus vastes que la production de la poudre elle-même. À peu près tous les métaux peuvent être utilisés pour la fabrication de poudres. Dans le domaine de la métallurgie en général, les nuances d'acier sont les alliages les plus utilisés pour la fabrication de pièces, grâce aux excellentes propriétés qu'ils présentent et les coûts relativement faibles que nécessitent leur élaboration et leur mise en œuvre. Tout comme dans la métallurgie en général, les poudres d'acier sont celles qui sont les plus utilisées pour la fabrication de pièces à propriétés mécaniques élevées.

Au fil des années, l'avancement de la recherche et de la technologie liée à la fabrication et l'utilisation des poudres fut considérable. Les poudres d'acier alliées, communément appelées poudres autotrempantes, sont de plus en plus performantes au niveau de la trempabilité et des propriétés mécaniques. Cependant, avec l'augmentation accrue de la performance des installations utilisées pour la fabrication de pièces, comme les fours de frittage, et le coût relativement élevé de certains éléments d'alliages utilisés comme le molybdène et le nickel, l'intérêt de développer des nouvelles poudres est constant. De plus, les poudres fortement alliées présentent des désavantages importants de leurs caractéristiques, notamment leur compressibilité. L'industrie réclame des poudres autotrempantes qui peuvent donner des propriétés mécaniques tout aussi élevées que les poudres fortement alliées, mais dont le coût soit moins élevé et que la compressibilité, leur point faible, soit améliorée.

Les buts de ce mémoire sont donc d'étudier différents paramètres et de développer de nouvelles poudres autotrempantes pour obtenir des poudres qui présentent une bonne com-

pressibilité, une bonne autotrempabilité et de bonnes propriétés mécaniques. Ce mémoire est divisé en 4 chapitres de résultats distincts.

Nous avons tout d'abord étudié et élaboré de nouvelles poudres autotrempantes avec des compositions (Ni, Mo, V) différentes ou analogues aux poudres étudiées dans des travaux antérieurs (Duchesne 2000, Julien 2001). L'autotrempabilité ainsi que la compressibilité de ces poudres ont été étudiées. Des essais ont également été réalisés sur le profil thermique de refroidissement pour déterminer l'effet des éléments d'alliages sur l'autotrempabilité.

Deuxièmement, différentes techniques ont été étudiées pour modifier la composition (%C, %O) des poudres alliées afin d'améliorer la compressibilité de ces poudres. Différentes atmosphères (Vide, H_2 et NH_3) et traitements ont été étudiés. La microdureté est une des techniques que nous avons utilisée pour estimer la compressibilité des poudres.

Troisièmement, l'effet d'ajout du cuivre a été étudié sur la compressibilité et l'autotrempabilité. De très nombreuses études portant sur l'effet du cuivre sont disponibles dans la littérature. Cependant, les teneurs en cuivre élevées et les techniques d'ajout du cuivre que nous avons utilisées sont très peu traitées dans la littérature.

Finalement, après avoir étudié plusieurs facteurs (composition, compressibilité, autotrempabilité et traitements thermiques), les propriétés mécaniques des poudres et des mélanges étant les plus prometteurs ont été évaluées. La résistance à la traction, la ténacité et la dureté sont les trois propriétés que nous avons étudiées.

La présente étude, nous a permis de développer des poudres et mélanges qui présentent des propriétés et caractéristiques supérieures aux poudres et mélanges déjà existants. Plusieurs aspects que nous avons étudiés portent sur le développement de nouvelles techniques d'élaboration de poudres ou de nouvelles compositions, alors que d'autres aspects

portent sur l'optimisation des paramètres à utiliser avec ces nouveaux mélanges et nouvelles poudres.

CHAPITRE 2 : REVUE DE LA LITTÉRATURE

2.1 Élaboration des poudres de fer (procédé Domfer)

Il existe plusieurs méthodes pour produire des poudres métalliques. Il y a les méthodes mécaniques (broyage), les méthodes électrolytiques, les méthodes chimiques (décomposition thermique) et les méthodes physiques (atomisation) (German 1997). Chacune de ces méthodes confèrent aux poudres des caractéristiques et des propriétés typiques. Les méthodes les plus utilisées pour la production de poudres de fer et d'acier sont les méthodes d'atomisation. Les poudres utilisées dans le cadre expérimental de cette maîtrise proviennent de la compagnie Domfer et ont été élaborées par un procédé qui leur est propre. À la figure 2.1 est présenté le schéma du procédé Domfer.

Le procédé Domfer combine plusieurs méthodes pour la production de poudre de fer et d'aciers. Tout d'abord, de la ferraille est fondue dans un four à induction. Une source contenant du carbone est ajouté, ainsi que les éléments d'alliages (Mo, Ni, etc.) nécessaires, généralement sous formes de composés avec du fer, à la nuance de poudre à produire. La fonte liquide est ensuite atomisée à l'aide de jets d'eau à haute pression pour produire de la grenaille grossière. Cette grenaille est ensuite broyée dans un broyeur à boulet. Comme la teneur en carbone dans la grenaille de fonte est relativement élevée, elle est fragile et peut être facilement broyée sous forme de poudre plus fine. D'autre part, de l'oxyde de fer est également broyé pour obtenir une granulométrie plus fine. Cet oxyde de fer est composé principalement de divers oxydes de fer comme le FeO , le Fe_3O_4 et le Fe_2O_3 . Comme ce sont des oxydes de fer, tout comme la grenaille, ils sont relativement fragiles et faciles à broyer.

La grenaille broyée est mélangée avec l'oxyde de fer broyé pour éventuellement produire de la poudre de fer ou de la poudre d'acier. La grenaille contient peu d'oxygène et beau-

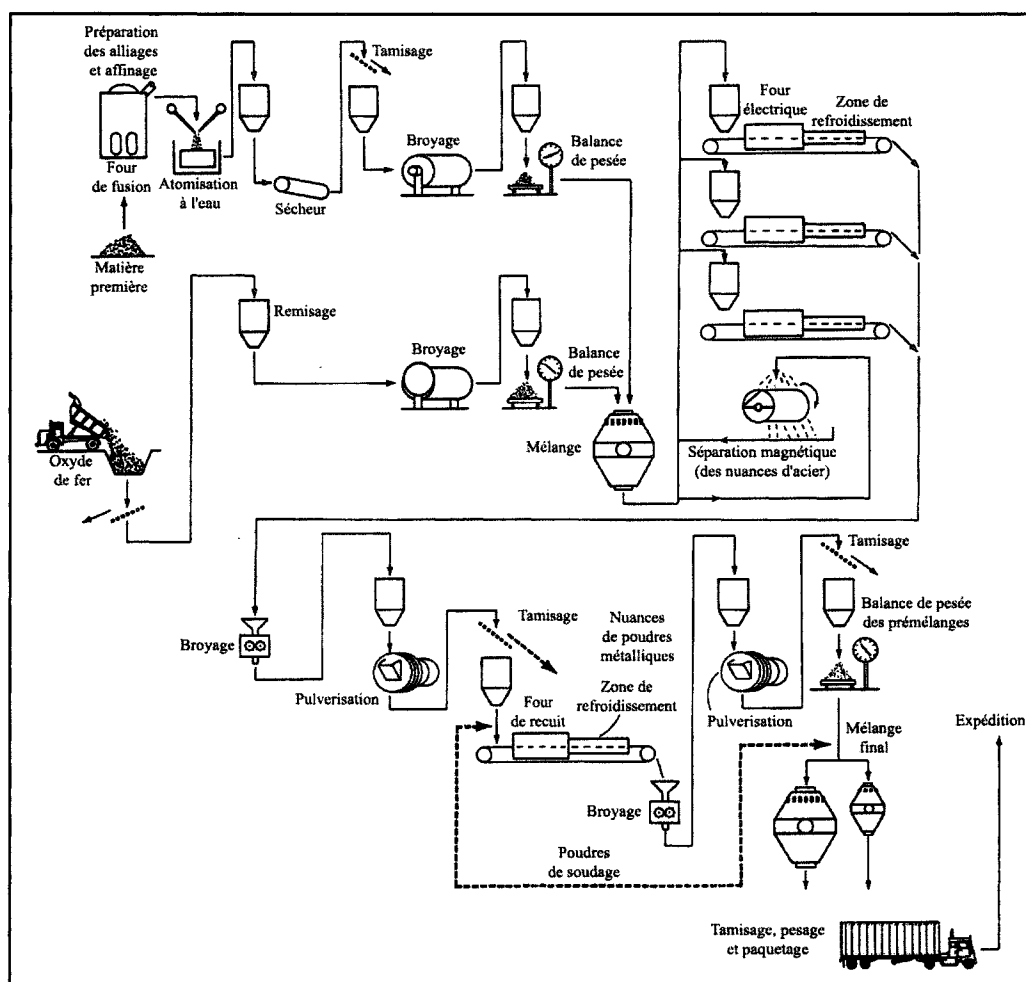


Figure 2.1 : Procédé Domfer (De Rege 1998)

coup de carbone, tandis que l'oxyde de fer contient beaucoup d'oxygène et très peu de carbone. Le procédé consiste à mélanger une quantité de grenaille broyée avec une quantité d'oxyde de fer broyé selon un certain ratio. Le ratio du mélange grenaille/oxyde de fer est optimisé de façon à ce que tout le carbone de la grenaille soit réduit, ainsi que tout les oxydes. Ce mélange grenaille/oxyde de fer est réduit dans un four électrique à courroie sous atmosphère contrôlée; c'est l'étape de décarburation.

À la sortie du four, le produit de cette réduction consiste en un lit de poudre partiellement fritté, communément appelé gâteau, qui est constitué majoritairement de fer, qui est allié

ou non selon la nuance de poudre à produire. Ce gâteau est ensuite broyé pour obtenir de la poudre présentant des propriétés se rapprochant des exigences désirées (composition, granulométrie, etc.). Comme la poudre est fortement déformée et durcie par le broyage du gâteau, il est commun d'effectuer un recuit sur la poudre. Un recuit peut également être effectué si la composition chimique (%C, %O) n'est pas adéquate. La poudre d'acier est donc traitée une seconde fois dans les fours à courroie. Étant donné que la température du recuit est plus faible, la poudre présente un niveau de frittage moins important et peut être broyée en ne subissant que très peu de durcissement par écrouissage. Le recuit permet également de compléter la réduction du %C et du %O, qui généralement, dépendamment des poudres, doivent être inférieurs à 0,02%C et 0,4%O.

Étant donné que dans le procédé de la production de la poudre, deux sources primaires sont utilisées (oxyde de fer et grenaille broyés), on retrouve deux types de particules dans la poudre finie. La figure 2.2 présente ces deux types de particules.

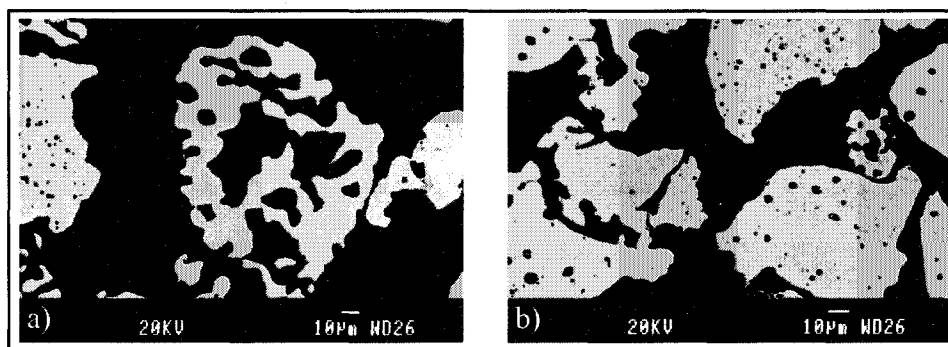


Figure 2.2 : Types de particules présentes dans une poudre alliée typique
a) Particule d'oxyde de fer réduite (poreuse)
b) Particules de grenaille broyée réduite (denses)

À la figure 2.2 a) il est possible de voir une particule très poreuse. Ce type de particule provient de l'oxyde de fer broyé. En effet, comme les oxydes de fer contiennent des oxydes à forte teneur en oxygène, lorsqu'ils sont réduits, ils perdent une partie importante de leur masse. La réduction des oxydes produit des particules très poreuses, qui sont compo-

sées essentiellement de fer non allié. À la figure 2.2 b), on peut voir des particules typiques produites par la grenaille broyée. Comme la quantité de carbone initial est relativement faible, lorsque ce type de particule est réduite, il n'y a pas apparition de porosités et les particules restent denses. La composition de ces particules est généralement semblable à la fonte liquide, à l'exception du carbone qui devrait être relativement bas ($<0,02\%C$).

2.2 Élaboration des pièces P/M

Il existe plusieurs méthodes pour mettre en forme les pièces fabriquées par métallurgie des poudres comme le PIM (Powder injection molding) ou le pressage. Comme tous les échantillons réalisés dans le cadre de ce mémoire de maîtrise ont été réalisés par la méthode de pressage, seuls les principes de cette méthode seront expliqués en détail.

2.2.1 Élaboration des mélanges

La 1^{ère} étape avant même de presser des pièces et des échantillons consiste en la fabrication des mélanges. Nous avons vu dans la section 2.1 que le procédé Domfer permet d'élaborer des poudres de fer. Cependant, il est très rare que ces poudres soient utilisées directement sans aucun ajout. Il est généralement nécessaire d'ajouter plusieurs composants à la poudre pour produire un mélange de poudre. Comme la poudre de fer produite ne contient à peu près pas de carbone, du graphite en poudre est généralement ajouté à la poudre de fer pour permettre d'obtenir un acier au carbone qui conférera de meilleures propriétés mécaniques et permet également d'obtenir une meilleure compressibilité que si le carbone était allié directement dans la poudre de fer. Du cuivre est généralement ajouté au mélange de poudres alliées. L'ajout de cuivre permet d'améliorer la compressibilité des mélanges de poudres, puisque les particules de cuivre sont moins dures que les particules de fer et d'acier. Le cuivre permet également d'améliorer les propriétés mécaniques. Les effets du carbone et du cuivre sur la compressibilité sont présentés plus en détail dans la section 2.3 sur les facteurs influençant la compressibilité. Ces mélanges sont élaborés

en utilisant un mélangeur de type double cône dont un schéma est illustré à la figure 2.3.

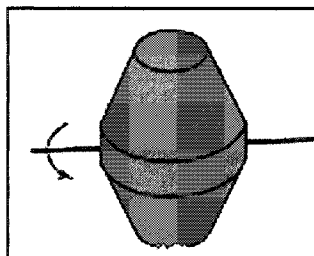


Figure 2.3 : Schéma d'un mélangeur double cône (University of Louisiana)

Tous les constituants sont ajoutés à l'intérieur du mélangeur et mélangés suffisamment longtemps pour permettre un mélange homogène. Du lubrifiant est également ajouté en plus des autres poudres. Le lubrifiant est essentiel pour réduire la friction créée entre les poudres lors des différentes étapes du pressage. Il existe plusieurs types de lubrifiant, mais tous les mélanges réalisés dans ce mémoire contiennent 0,75% poids de stéarate de zinc (ZnSt) comme lubrifiant. La figure 2.4 présente l'effet du lubrifiant sur la densité à vert et la force d'éjection d'échantillons pressés. Après que tous les constituants aient été

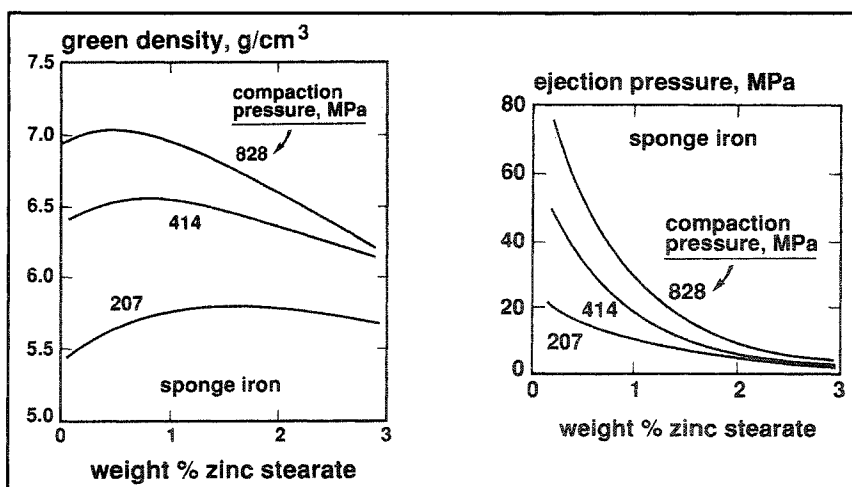


Figure 2.4 : Effet du ZnSt sur la densité à vert et la force d'éjection d'échantillons (German 1997)

ajoutés et mélangés, le mélange de poudre peut être pressé dans une matrice pour donner forme aux pièces et échantillons.

2.2.2 Pressage

Les échantillons ont été mis en forme à l'aide de matrices à double action. La figure 2.5 présente un schéma-type du pressage d'un échantillon. Le mélange de poudre est tout

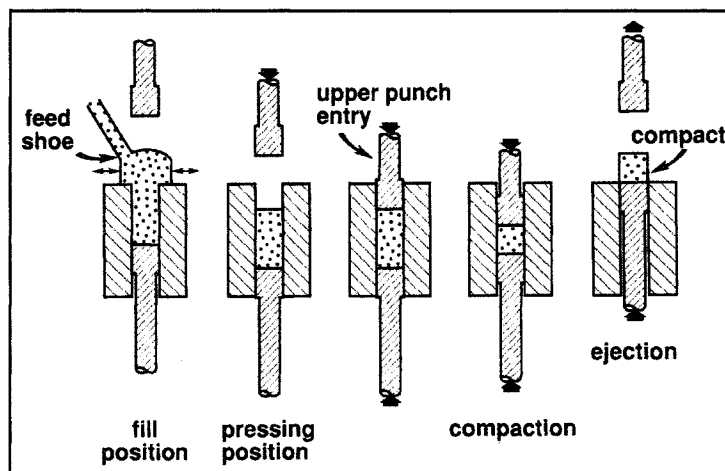


Figure 2.5 : Schéma-type du pressage d'un échantillon (German 1997)

d'abord versé dans la cavité de la matrice. Ensuite, un poinçon est inséré et une force est appliquée de part et d'autre des poinçons pour presser la poudre en un échantillon solide. Finalement, l'échantillon est éjecté hors de la matrice. Ce type d'échantillon est qualifié d'échantillon cru, quoiqu'il puisse être manipulé, ce type d'échantillon reste très fragile tant qu'il n'a pas été fritté. On peut déterminer la résistance d'un échantillon cru à l'aide du test de résistance à cru. La résistance à cru est la résistance mécanique d'un comprimé n'ayant pas subi d'opération de durcissement. La résistance à cru peut être évaluée à l'aide d'une méthode standardisée (MPIF Standards # 2002). Lors du pressage, la poudre subit plusieurs étapes jusqu'à l'obtention de l'échantillon cru. La figure 2.6 illustre les différentes étapes lors du pressage.

Premièrement, au début de l'application de la force de pressage, les particules se réarrangent pour augmenter la densité. Ensuite, tout en appliquant la force de pressage, une déformation localisée se produit en périphérie des particules. Finalement, lorsque la force

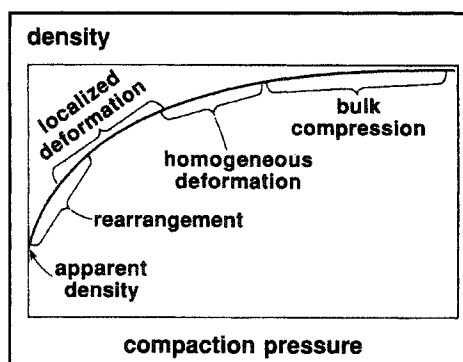


Figure 2.6 : Différentes étapes subies par la poudre lors du pressage (German 1997)

de pressage devient encore plus importante, toutes les particules de poudres se déforment de façon homogène, ce qui mène vers un échantillon à cru. La figure 2.7 illustre ces trois différentes étapes.

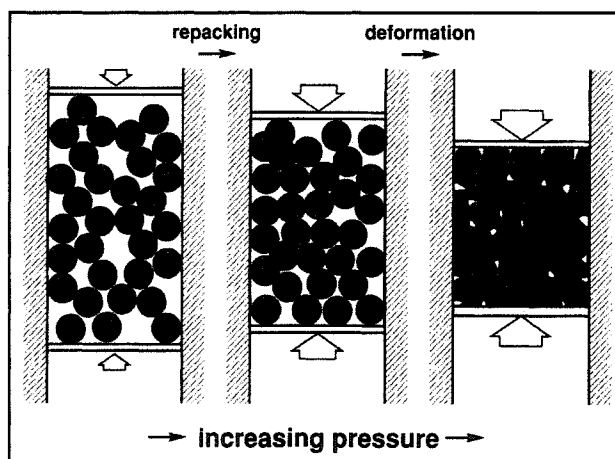


Figure 2.7 : Illustration du réarrangement et de la déformation des particules de poudres lors du pressage (German 1997)

2.3 Facteurs influençant la compressibilité

La compressibilité est la mesure de la facilité d'un mélange à être compressé (German 1997). La compressibilité relie la densité d'un échantillon à la pression appliquée lors de la compression d'un mélange. La figure 2.6 présente la compressibilité d'un mélange de poudre montrant la relation entre la densité d'un échantillon et la pression appliquée. La

compressibilité d'un mélange peut être influencée par plusieurs facteurs (les éléments en solution solide, la granulométrie, la morphologie des particules, etc.). L'influence de ces différents facteurs sont traités dans les sous-sections suivantes.

2.3.1 Éléments d'alliage pré-alliés

La majorité des poudres traitées dans ce mémoire sont des poudres auto-trempantes et qui contiennent donc des éléments d'alliages (Mo, Ni, Cu, V). Les poudres alliées présentent des compressibilités inférieures aux poudres non alliées. La figure 2.8 présente l'effet de divers éléments d'alliage sur la compressibilité. Cette figure illustre bien l'effet de chacun

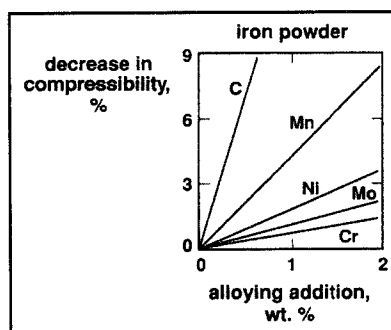


Figure 2.8 : Effet des éléments d'alliage sur la compressibilité des poudres alliées (German 1997)

des éléments d'alliage sur la compressibilité des aciers. Il est facile de comprendre pourquoi le carbone est ajouté au mélange plutôt qu'allié dans la poudre directement. Le carbone réduit de façon importante la compressibilité lorsque sa teneur augmente dans la poudre. Le molybdène et le chrome sont les éléments qui, parmi les différents éléments d'alliages usuels, réduisent le moins la compressibilité des mélanges. C'est une des raisons pour laquelle la majorité des mélanges étudiés dans ce mémoire sont principalement alliés au molybdène. Le chrome en solution solide est moins néfaste sur la compressibilité, mais sa forte tendance à s'oxyder diminue la compressibilité. À la figure 2.9 est présentée la teneur en oxygène en fonction de divers éléments d'alliages. On peut y voir qu'une poudre contenant du Cr ou du Mn présente une teneur plus élevée en oxygène

qu'une poudre contenant du Mo ou du Ni. Cette présence d'oxygène plus élevée se traduit

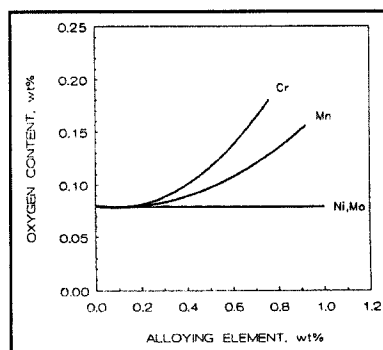


Figure 2.9 : Influence de la teneur en oxygène dans une poudre en fonction de la teneur de différents éléments d'alliage (Trudel, Gagné et Racicot 1991)

par une plus grande quantité d'oxydes dans les particules de poudres. La figure 2.10 présente l'effet de ces oxydes durs sur la compressibilité en fonction des éléments d'alliage.

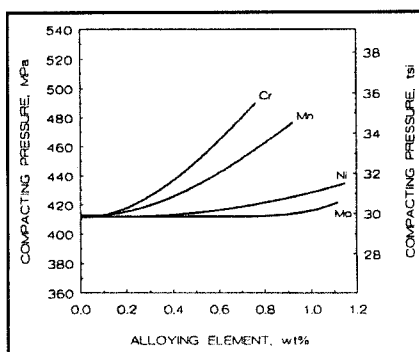


Figure 2.10 : Influence de la teneur de différents éléments d'alliage en fonction de leur tendance à former des oxydes (Trudel, Gagné et Racicot 1991)

Quoique le chrome en solution solide soit peu néfaste sur la compressibilité, sa forte tendance à s'oxyder réduit la compressibilité des poudres et le molybdène devient donc un des meilleurs choix d'éléments d'alliage qui n'est pas trop néfaste sur la compressibilité.

Le mécanisme qui rend les poudres alliées moins compressibles est le durcissement par solution solide des particules de poudres. La présence de particules de seconde phase est un autre des mécanismes de durcissement des poudres qui est traité dans la section 2.3.3.

Plus les poudres sont dures, moins la compressibilité sera bonne. La figure 2.11 illustre l'effet de la dureté des particules sur la compressibilité lors du pressage d'échantillons.

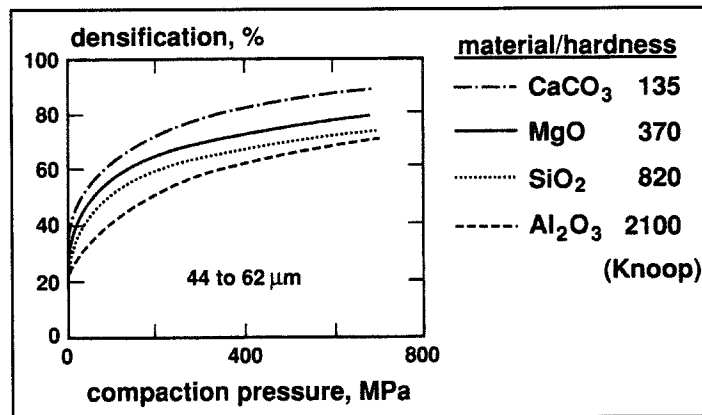


Figure 2.11 : Effet de la dureté des particules sur la densité d'échantillons (German 1997)

2.3.2 Composition des mélanges

Il a été mentionné précédemment, que l'ajout du carbone sous forme de graphite et du cuivre était fait lors du mélange de la poudre juste avant le pressage. La principale raison pour cet ajout au mélange plutôt que directement allié dans la poudre est que cet ajout confère une meilleure compressibilité. La figure 2.11 illustre l'effet de la dureté des particules sur la compressibilité. Quoique cette figure illustre l'effet de la dureté sur la compressibilité pour des particules de céramique, le principe reste le même pour des particules métalliques. Comme la poudre de cuivre est moins dure que la poudre d'acier, il est raisonnable de croire que la compressibilité serait améliorée avec l'ajout de cuivre sous forme de poudre. La figure 2.12 illustre l'effet de la proportion de deux phases, une phase de dureté élevée (acier) et une phase de dureté plus faible (plomb), sur la compressibilité.

2.3.3 Effet des particules de deuxième phase

Lors de l'élaboration de poudres avec le procédé Domfer, il peut arriver parfois de retrouver des particules de seconde phase, étant donné la nature même des composants utilisés,

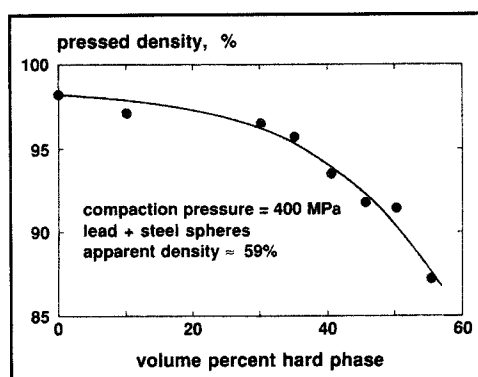


Figure 2.12 : Effet de la proportion de poudres dures et molles sur la compressibilité (German 1997)

notamment avec les différents oxydes utilisés. Les différents oxydes, carbures et nitrures sont généralement des particules de dureté très élevée. Lorsque ces particules se retrouvent dans les poudres, celles-ci voient leur dureté augmentée. Comme il a été vu dans la sous-section précédente, lorsque la dureté des particules augmente, la poudre devient moins compressible. Ces différents oxydes, nitrures ou carbures peuvent être des particules très stables qui sont difficilement réductibles lors de l'élaboration de la poudre. La figure 2.13 présente la stabilité de différents oxydes en fonction de la température et de la pression partielle d'eau. Il est possible de voir sur cette figure que certains oxydes (MnO , SiO_2 , VO) sont beaucoup plus stables que les oxydes de fer. En effet, les oxydes de manganèse et de silicium sont présents relativement fréquemment dans les poudres étudiées.

Le tableau 2.1 présente la pression de vapeur d'eau nécessaire pour réduire différents oxydes à plusieurs températures. Les valeurs présentées dans ce tableau illustrent bien la différence de stabilité de différents oxydes. Les pressions de vapeur d'eau nécessaires pour réduire l'oxyde de fer sont beaucoup plus élevées que pour des oxydes plus stables comme le MnO ou le SiO_2 .

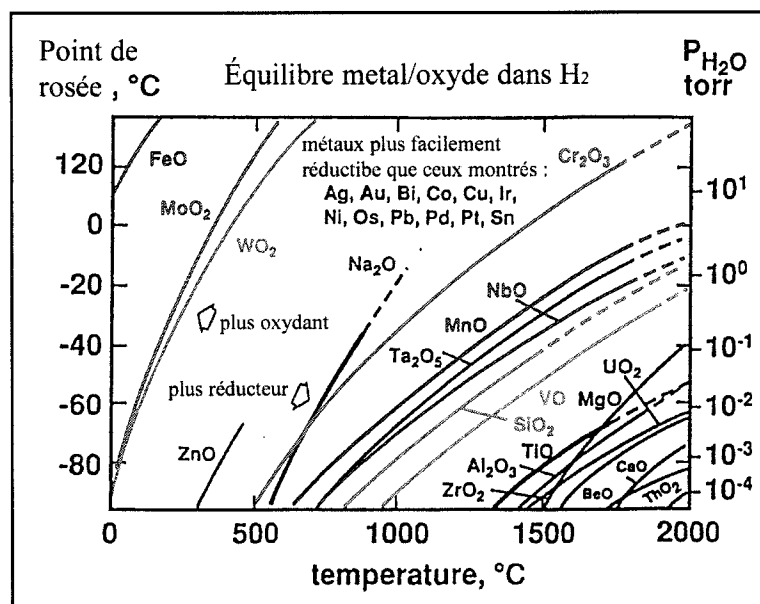


Figure 2.13 : Stabilité de différents oxydes en fonction de la température et de la pression partielle d'eau (German 1997)

Tableau 2.1 : Pression partielle de vapeur d'eau pour réduire certains oxydes en fonction de la température

Température (°C)	Pression partielle de vapeur P_{H_2O} (atm.)		
	FeO	MnO	SiO ₂
150	0,13	$\ll 1,3 \times 10^{-8}$	$\ll 1,3 \times 10^{-8}$
1000	$\gg 0,13$	$1,3 \times 10^{-5}$	$1,3 \times 10^{-6}$
1500	$\gg 0,13$	$9,2 \times 10^{-4}$	$1,3 \times 10^{-4}$

2.3.4 Distribution granulométrique

La distribution granulométrique est un autre facteur influençant la compressibilité des mélanges. Il est plutôt inhabituel d'utiliser une poudre présentant une même taille de toutes ses particules. Généralement, une certaine distribution granulométrique est utilisée pour les poudres. Le tableau 2.2 présente les classes de distribution granulométrique utilisées pour caractériser les poudres dans ce mémoire. Une bonne distribution granulométrique

que permet de maximiser la densité apparente de la poudre et de l'échantillon. Avec une granulométrie optimisée, les particules les plus fines viennent combler les espaces entre les plus grosses particules. La figure 2.14 illustre ce phénomène avec une distribution bimodale.

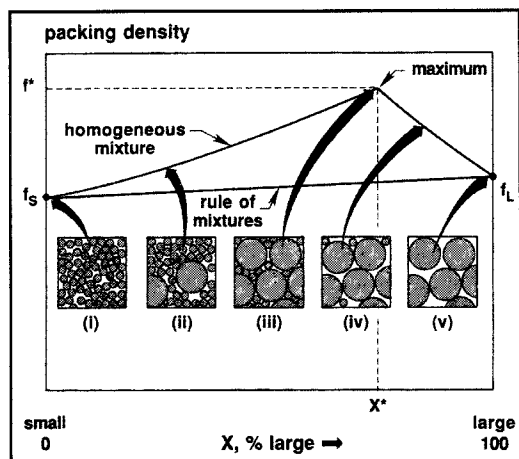


Figure 2.14 : Illustration d'une distribution granulométrique sur la densité d'une poudre (German 1997)

Tableau 2.2 : Classes granulométrique utilisées pour caractériser les poudres expérimentales.

Tamis (mesh)	Taille des particules (μm)
+60	+250
+80	+180
+100	+150
+140	+106
+200	+75
+325	+45
-325	-45

2.3.5 Morphologie des particules de poudres

Le dernier facteur traité qui influence la compressibilité est la morphologie des poudres. Le procédé Domfer permet de produire des particules plus ou moins irrégulières. La majorité des poudres étudiées dans ce mémoire présentent une morphologie irrégulière. La morphologie des particules influence la densité apparente des poudres comme illustré à la figure 2.15. La morphologie des particules peut également influencer la compressibi-

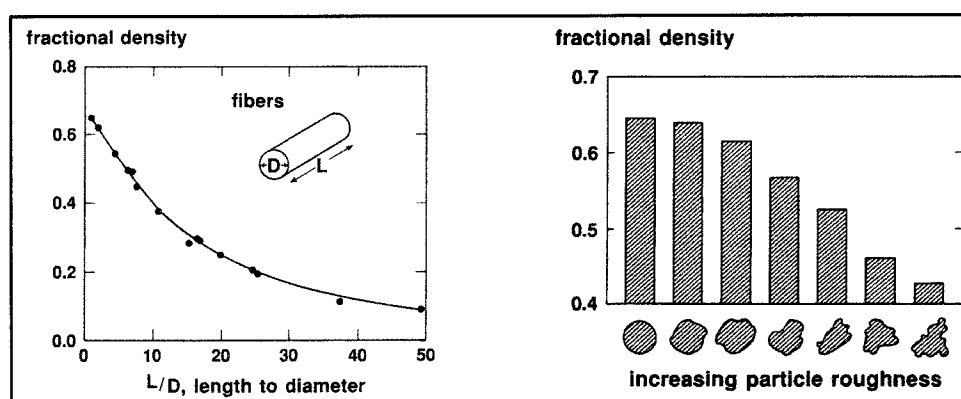


Figure 2.15 : Influence de la morphologie sur la densité apparente des poudres (German 1997)

lité. En général, plus les particules sont irrégulières, plus les phénomènes de friction sont importants. Lors du pressage d'une poudre irrégulière, il faut appliquer une force plus grande que pour une poudre présentant moins d'irrégularités, ce qui se traduit par une moins bonne compressibilité. Cependant, des poudres irrégulières améliorent la résistance à cru des pièces crues à cause de l'ancrage mécanique des irrégularités des particules.

2.4 Frittage et atmosphères

La dernière étape de la production d'une pièce fabriquée par métallurgie des poudres est le frittage. La figure 2.16 présente un schéma typique du profil de température d'un cycle de frittage. Ce schéma illustre bien les différentes étapes subies par les pièces lors du frit-

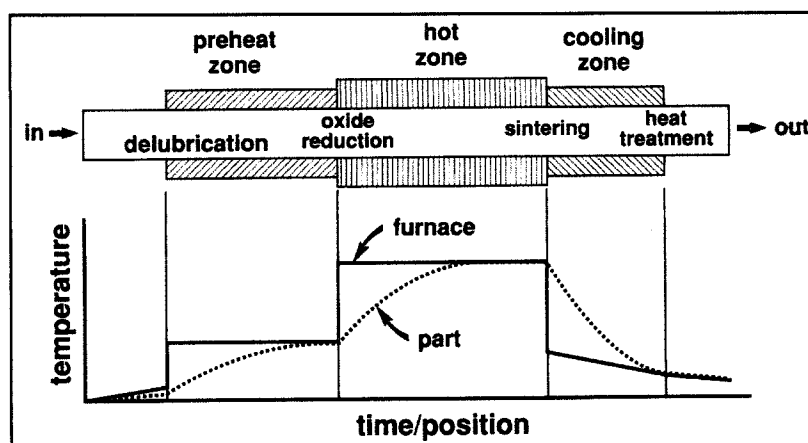


Figure 2.16 : Profil thermique typique d'un four de frittage (German 1997)

tage. La première étape consiste à éliminer les lubrifiants des pièces à une température moyennement élevée. La 2^{ème} étape est celle du frittage proprement dite. C'est lors de cette étape que les liens métallurgiques entre les différentes particules se créent. C'est dans cette même étape que les différents ajouts aux mélanges (Cu, Ni ou graphite) diffusent plus ou moins dans les particules de poudre d'acier. Les températures usuelles de frittage avoisinent 1120°C (2050°F), ce qui permet aux additifs comme le cuivre de fondre ($T_f = 1083^\circ\text{C}$) et de former une phase liquide qui englobe en partie les particules de poudre. Pour les additifs comme le nickel ($T_f = 1455^\circ\text{C}$) les particules ne fondent pas, mais diffusent partiellement. Il est fréquent d'observer dans des pièces la présence de zones riches en nickel lorsqu'elles sont frittées à 1120°C. La dernière étape du frittage est le refroidissement des pièces. C'est durant cette étape que les poudres autotrempantes acquièrent une microstructure martensitique ou bainitique, les détails portant sur la trempabilité et l'autotrempabilité sont traités dans la section 2.5.

L'atmosphère utilisée dans les fours tient un rôle majeur lors du frittage. En premier lieu, l'atmosphère permet de réduire les différents oxydes et carbures lors du frittage. Certains éléments d'alliages sont fortement oxydables (voir figure 2.13) et une atmosphère réductrice permet de réduire ces oxydes. Sous formes d'oxydes, les éléments d'alliages n'améliorent pas la trempabilité. Cependant, lorsque les oxydes sont réduits, les éléments

d'addition peuvent être en solution solide et deviennent grandement bénéfique pour l'autotrempabilité. Il existe plusieurs types d'atmosphères utilisées par les industries. Le tableau 2.3 présente les compositions typiques de 4 atmosphères pouvant être utilisées lors du frittage.

Tableau 2.3 : Composition de quelques atmosphères utilisées lors du frittage (German 1997)

Facteurs caractéristiques	Endothermique	Exothermique	NH₃ dissocié	À base de N₂
% N ₂	39	70 à 98	25	75 à 97
% H ₂	39	2 à 20	75	2 à 20
% CO	21	2 à 10	-	-
%CO ₂	0,2	1 à 6	-	-
ppm O ₂	10 à 150	10 à 150	10 à 35	5
Point de rosée, (°C)	-16 à 10	-45 à -25	-50 à -30	-75 à -50

L'atmosphère peut jouer également un rôle important lors du refroidissement. Les différents gaz présentent une capacité de refroidissement intrinsèque. Blais et Serafini (2001) ont montré l'effet de différents mélanges H₂ / N₂ sur le refroidissement d'échantillons composés de poudres alliées autotrempantes.

2.5 Trempabilité et autotrempabilité

La trempabilité est l'aptitude d'un acier à subir la transformation martensitique ou bainitique. Un acier est dit d'autant plus trempant que les lois de refroidissement critique pour la transformation bainitique ou martensitique correspondent à des conditions de refroidissement moins sévères (Office de la langue française). La trempabilité d'une pièce d'acier

dépend principalement de la composition chimique de l'austénite et de la taille de grains austénitiques juste avant la trempe (Grossmann 1952).

2.5.1 Évaluation de la trempabilité - essais Jominy

Une des méthodes très employées pour évaluer la trempabilité d'un acier est l'essai Jominy (ASTM Standards A255), qui est un essai très simple et peu coûteux à réaliser. La figure 2.17 présente un schéma du montage utilisé lors d'un essai Jominy. L'échantillon

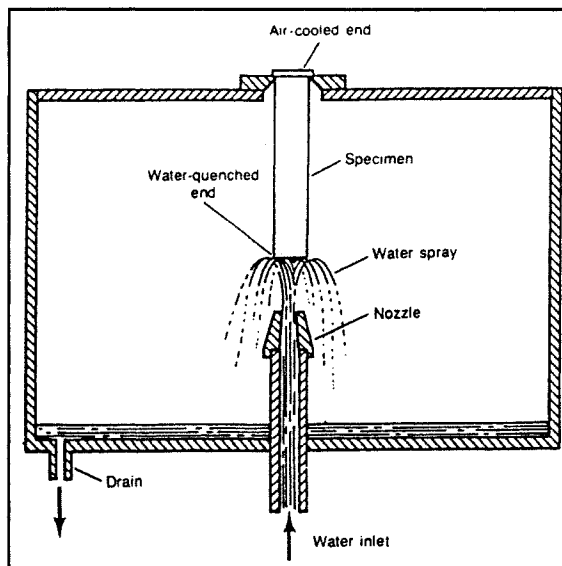


Figure 2.17 : Schéma d'un montage utilisé lors d'un essai Jominy (James 1998)

utilisé est un cylindre de 1" de diamètre (2,54 cm) et de 4" de longueur (10,16 cm). L'échantillon est tout d'abord normalisé à haute température et est ensuite installé sur le montage illustré à la figure 2.17. Un jet d'eau est alors dirigé vers une des extrémités de l'échantillon cylindrique pour que celui-ci subisse un refroidissement quasi uniaxial. Une fois que l'échantillon est complètement refroidi, il présente une variation de sa dureté et de sa microstructure tout au long de l'axe longitudinal. L'extrémité refroidie par le jet d'eau est celle qui présente la dureté la plus élevée et présente la quantité la plus élevée de martensite. L'autre extrémité présente la dureté la plus faible, ainsi que le taux plus faible de martensite. La figure 2.18 présente un schéma typique d'un échantillon ayant servi dans

un essai Jominy. Un essai doit être réalisé pour chaque acier de composition chimique différente pour évaluer sa trempabilité.

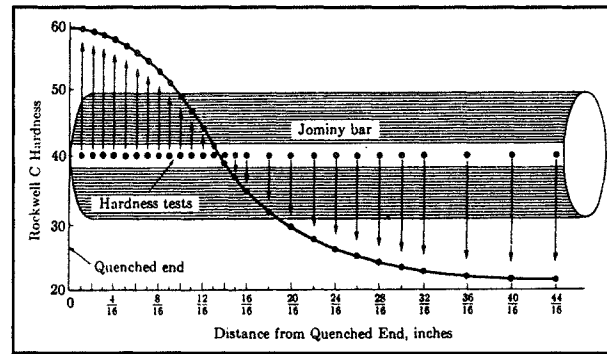


Figure 2.18 : Schéma-type d'un échantillon Jominy (James 1998)

Une des premières méthodes pour caractériser les aciers a été développée par Grossmann (1952). Cette méthode tient compte des différents éléments d'alliages (C, Mo, Ni, etc.) ainsi que de la taille de grains austénitique. La méthode permet d'évaluer la trempabilité par le diamètre critique (D_i) et le diamètre critique idéal (D_{ic}). Le diamètre critique (D_i) est le diamètre d'un cylindre qui, pour des conditions données, présente une microstructure constituée de 50% martensite en son centre. Le diamètre critique idéal (D_{ic}) est le diamètre d'un cylindre qui présenterait une microstructure constituée de 50% martensite en son centre, mais pour un milieu de trempe infini, où la surface de la pièce atteindrait la température du milieu de trempe instantanément. Cette méthode permet d'évaluer la trempabilité de plusieurs aciers avec une relation (équation 2.1).

$$D_i = D_{ic} \times f_{Mo} \times f_{Ni} \times \dots \times f_X \quad (2.1)$$

D_i : Diamètre critique

D_{ic} : Diamètre critique idéal

f_X : Facteurs multiplicatif pour l'élément X

Cette équation permet d'obtenir une estimation du D_i d'un acier dont la composition chimique et la taille de grains sont connues et qui sont représentées par D_{ic} et f_X . D_{ic} est fonction de la teneur en carbone et de la taille de grains austénitique, alors que f_X n'est fonction que des éléments d'alliage. Ces deux facteurs sont décrits plus en détails dans les sous-sections suivantes.

2.5.2 Effet du carbone et de la taille de grains austénitique

Le diamètre critique idéal défini par Grossmann (1952) tient compte du taux de carbone contenu dans l'acier et de la taille de grains austénitique. D_{ic} représente le diamètre critique d'un acier fer-carbone pur dont la teneur en carbone et la taille de grain austénitique sont les mêmes que pour l'acier dont on veut évaluer D_i . Le carbone est le seul élément dont l'effet sur la trempabilité peut être évalué seul, car si le carbone n'est pas présent il n'y a pas de trempabilité puisqu'il est impossible d'obtenir une microstructure de trempe. Selon Grossmann, le carbone a un effet sur D_{ic} indépendant de la teneur en élément d'alliage. Par exemple, l'effet du carbone sera le même pour un alliage Fe-C pur que pour un alliage Fe-C-Mo si le %C est le même et que la taille de grains austénitique est la même. La figure 2.19 présente le diamètre critique d'un alliage fer-carbone en fonction de la taille de grains et du taux de carbone. Une augmentation de la taille de grains, ainsi que du taux de carbone augmente le D_{ic} . L'effet de la taille de grains austénitique élevée sur le diamètre critique idéal provient du fait que la germination de la bainite et la perlite s'effectue principalement aux joints de grains austénitiques (Bhadesia 1992). Une taille de grains élevée présente moins de joints de grains et diminue par le fait même la surface disponible pour la germination de la bainite et de la perlite, ce qui permet une transformation martensitique plus importante. Le tableau 2.4 présente l'effet du carbone et de la taille de grain austénitique sur D_{ic} .

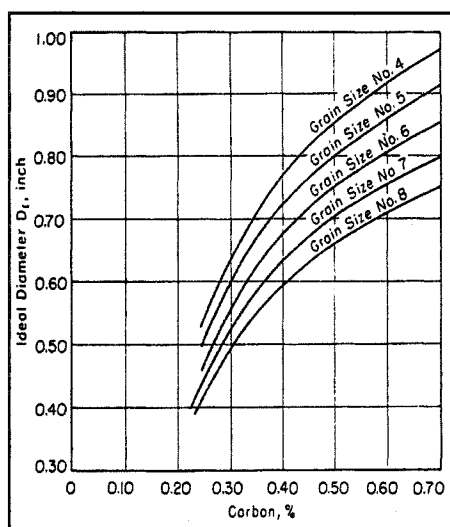


Figure 2.19 : Effet de la taille de grains austénitique et du carbone sur D_{ic} (Grossmann 1952)

Tableau 2.4 : Effet du %C et de la taille de grains γ sur D_{ic} d'un acier Fe-C

Condition	%C	Taille de grains γ (ASTM)	D_{ic} (cm)
1	0,5	4	2,16
2	0,5	8	1,65
3	0,7	4	2,46
4	0,7	8	1,91

2.5.3 Composition chimique et éléments d'alliages

Plusieurs éléments d'alliage sont utilisés dans les aciers pour améliorer la trempabilité. Les éléments d'alliage utilisés pour améliorer la trempabilité sont généralement classés selon deux catégories (Grossmann 1952), soit : les éléments en solution solide (Mn, Si, Ni, etc) et les éléments qui forment des carbures (Cr, Mo, V, Ti). Il est important de mentionner que pour permettre une meilleure trempabilité, les éléments d'addition doivent être en solution solide dans l'austénite lors du refroidissement. Selon Grossmann, l'effet des différents éléments d'alliage sur D_i sont représenté par les facteurs f_x de l'équation 2.1. La

figure 2.20 présente l'effet de la teneur de divers éléments d'alliages dans les aciers sur le diamètre critique idéal et les facteurs multiplicatifs. Le tableau 2.5 présente l'effet relatif

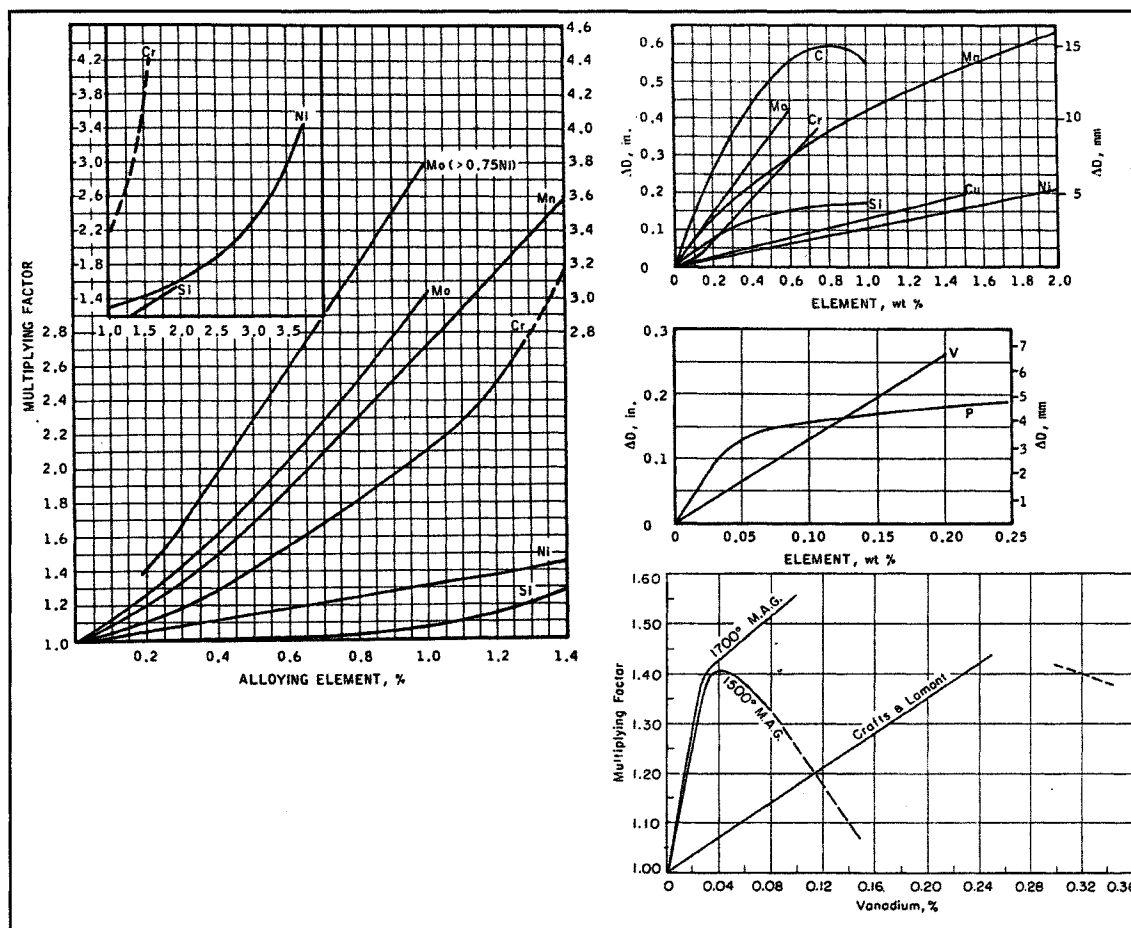


Figure 2.20 : Effet de la teneur des éléments d'alliage dans les aciers sur le diamètre critique et les facteurs multiplicatifs (Grossmann 1952, Siebert, Doane et Breen 1977)

de certains éléments d'alliages couramment utilisés pour améliorer la trempabilité des aciers. Ce tableau montre bien la performance de chacun des éléments d'alliages sur la trempabilité. Le Mo, le Mn et le Cr sont les éléments qui présentent l'amélioration de la trempabilité la plus marquée. Les données sur l'influence du V sont peu nombreuses, mais l'amélioration de la trempabilité pour de faibles teneur en V semble être également très importante. Le Ni et le Cu présentent des effets relativement semblables et sont peu

Tableau 2.5 : Effet de la teneur de certains éléments d'alliage sur ΔD_i et f_X

Élément d'alliage	Teneur	ΔD_i (cm)	f_X
Mo	0,2	0,38	1,25
	0,5	0,89	1,80
Mn	0,2	0,30	1,20
	0,5	0,64	1,70
Cr	0,2	0,30	1,10
	0,5	0,61	1,40
Ni	0,2	0,05	1,05
	0,5	0,13	1,15
Cu	0,2	0,05	-
	0,5	0,15	-
V	0,2	0,66	-

efficaces à faible teneur. Quoique le Ni soit relativement peu efficace pour de faibles teneur, lorsqu'il y a présence de Mo, l'effet synergique entre le Mo et le Ni améliore l'efficacité du Mo lorsque $\%Ni > 0,75\%$. Le tableau 2.6 présente le D_i pour quelques poudres standard et quelques poudres étudiées dans ce mémoire.

Malgré que la méthode développée par Grossmann donne des résultats relativement proches de la réalité, elle est applicable pour les aciers corroyés. Les conditions de mise en oeuvre des pièces produites par métallurgie des poudres, la porosité, les températures de frittage élevées ($> 1120^\circ\text{C}$) et les atmosphères de frittage peuvent avoir une influence non négligeable sur la trempabilité des poudres autotrempantes. Les paramètres utilisés dans la méthode de Grossmann peuvent ne pas représenter fidèlement la réalité des pièces produites par métallurgie des poudres.

Tableau 2.6 : Diamètre critique (D_i) de quelques poudres autotrempantes standards et quelques poudres étudiées dans ce mémoire (le D_{ic} à été fixé à 1)

Poudres	%Mo	%Ni	%V	D_i (cm)
MP52	0,77	0,43	0,00	6,4
MP55HD	0,77	1,93	0,00	8,4
MP56HD	0,97	1,73	0,00	10,2
MP51FM	1,31	0,00	0,00	9,7
MP59FM	1,24	0,4	0,00	8,9
MP58FM ₍₁₎	1,32	0,41	0,18	10,4

2.5.4 Autotrempabilité

Plus spécifiquement pour la métallurgie des poudres, on utilise le terme autotrempabilité comme étant l'aptitude d'un acier à subir la transformation martensitique ou bainitique directement après le frittage lors du refroidissement de l'acier. Plusieurs méthodes ont été développées pour évaluer l'autotrempabilité des aciers utilisés en métallurgie des poudres. Une des premières méthodes a été développée par Duchesne (2000) (figure 2.21).

La méthode consiste à utiliser un échantillon semblable à ceux utilisés dans les essais Jominy (cylindre 1 1/2, 54 cm de diamètre et longueur de 4 7/10, 16 cm). Cet échantillon est pressé et fritté au préalable. Plusieurs trous sont percés dans l'échantillon et des thermocouples sont insérés à l'intérieur. L'échantillon est austénitisé à l'intérieur d'un four. Après une période de temps simulant un frittage, l'échantillon est poussé à l'extérieur de la zone chaude et est refroidi par un jet d'azote injecté à une des extrémités de l'échantillon. Chaque thermocouple enregistre donc une température différente lors du refroidissement. Une fois l'essai terminé la microstructure et la dureté sont caractérisées près des thermocouples où les températures ont été enregistrées. Plusieurs essais sont nécessaires pour couvrir toute la gamme de refroidissement. Cette méthode permet de relier la

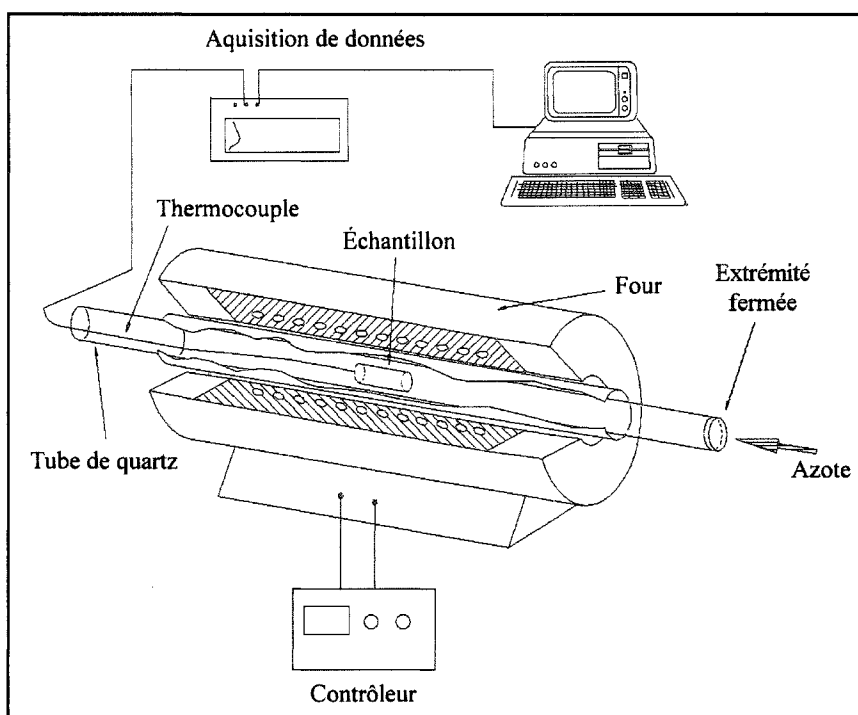


Figure 2.21 : Montage expérimental utilisé pour évaluer l'autotrempabilité (Duchesne 2000)

microstructure avec la dureté et le taux de refroidissement. La figure 2.22 présente un graphique typique (diagramme d'autotrempabilité) réalisé à l'aide de cette méthode.

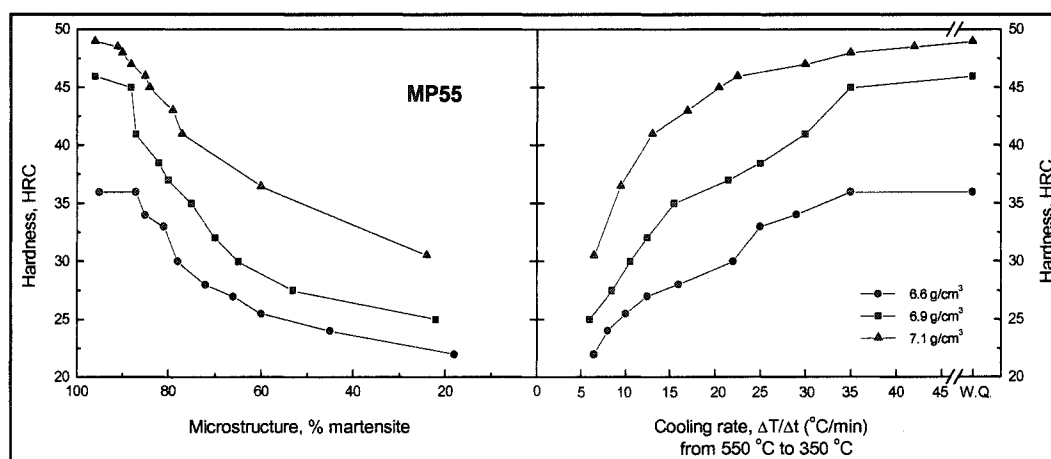


Figure 2.22 : Diagramme typique réalisé à l'aide de la méthode élaborée par Duchesne (2000)

Les paramètres influençant la trempabilité (%C, taille de grains austénitique et éléments d'alliages) sont essentiellement les mêmes que pour les aciers corroyés. Cependant, d'autres paramètres doivent être tenus en compte. La présence de porosité et la température sont deux des facteurs importants pour la trempabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Les pièces fabriquées sont généralement poreuses et ceci peut avoir des effets importants lors du refroidissement. En effet, les pores à l'intérieur des pièces agissent comme isolant et peuvent diminuer le coefficient de transfert de chaleur de la pièce lors du refroidissement, ce qui peut diminuer la trempabilité (Skena 1997). La trempabilité augmente donc en fonction de l'augmentation de la densité. En métallurgie des poudres, les températures utilisées lors du frittage d'une pièce autotrepante sont en général beaucoup plus élevées que lors de l'austénitisation d'une pièce d'acier corroyé. Les hautes températures sont essentielles pour avoir un bon frittage des pièces. En utilisant des températures élevées, il est possible que certains aciers voient leur trempabilité augmentée (Archer, Briggs, Loeb 1948). De plus, il peut y avoir réduction supplémentaire des carbures, oxydes et nitrures qui sont généralement plus stables à basse température. Des teneurs plus élevées en éléments d'alliage en solution solide auront tendance à améliorer la trempabilité.

2.6 Propriétés mécaniques

Les poudres autotrepantes sont généralement utilisées, car elles confèrent de bonnes propriétés mécaniques à cause des microstructures martensitiques et bainitiques qu'elles permettent d'obtenir relativement facilement. La dureté, la ténacité et la résistance maximale à la traction sont les différentes propriétés mécaniques qui ont été étudiées pour les mélanges expérimentaux. Chacune des poudres présente ses caractéristiques mécaniques propres en fonction des divers éléments d'alliage utilisés. La Fédération Internationale de la Métallurgie des Poudres (MPIF) publie plusieurs normes concernant les divers classes de poudres autotrepantes et plusieurs propriétés mécaniques de celles-ci. La figure 2.23 présente la nomenclature utilisée pour qualifier les différentes poudres alliées. Le tableau

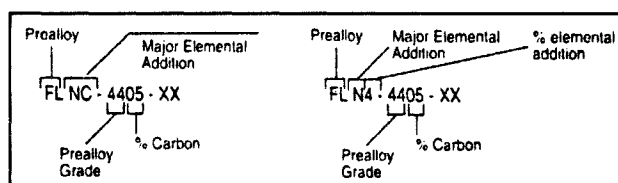


Figure 2.23 : Nomenclature utilisée pour les poudres alliées autotrempantes (MPIF Standards #35 2003)

2.7 présente la composition des poudres de base alliées qui ont été utilisées pour évaluer les différentes propriétés mécaniques. Le tableau 2.8 présente les différentes classes de

Tableau 2.7 : Niveau d'éléments d'alliage des poudres de base autotrempantes étudiées

Poudre	#lot	%Mn	%Mo	%Ni	%V
MP52	25199	0,32	0,77	0,43	0,00
MP55HD	24253	0,45	0,77	1,93	0,00
MP56HD	N/D	0,50	0,97	1,73	0,00
XP36SP2	23638	0,27	0,85	0,00	0,00
MP51FM	22227	0,45	1,31	0,00	0,00
MP52FM	22772	0,64	0,74	0,45	0,00
MP59FM	19661	0,44	1,24	0,4	0,00
MP58FM ₍₁₎	16918	0,63	1,32	0,41	0,18
MP58FM ₍₂₎	22256	0,45	1,28	0,51	0,24
MP58FM ₍₃₎	22797	0,53	1,26	0,42	0,55
MP58FM ₍₄₎	23354	0,51	1,21	0,51	0,55
MP58FM ₍₅₎	23468	0,51	1,25	0,53	0,55

poudres autotrempantes spécifiées dans les normes (MPIF Standards #35 2003) apparentées aux poudres de base alliées utilisées. C'est à partir des valeurs de propriétés mécaniques de ces classes que nous avons comparé les propriétés mécaniques des différents mélanges et traitements thermiques élaborés dans ce mémoire. Les propriétés mécaniques

Tableau 2.8 : Différentes classes de poudres alliées et trempantes provenant la norme MPIF Standards #35 (2003)

Désignation	Éléments d'alliage (% _{min} -% _{max})			
	%C	%Ni	%Mo	%Cu
FL-4205	0,4 - 0,7	0,35 - 0,55	0,50 - 0,85	-
FL-4405	0,4 - 0,7	-	0,75 - 0,95	-
FL-4605	0,4 - 0,7	1,70 - 2,00	0,40 - 1,10	-
FLN2-4405	0,4 - 0,7	1,00 - 3,00	0,65 - 0,95	-
FLNC-4405	0,4 - 0,7	1,00 - 3,00	0,65 - 0,95	1,0 - 3,0
FLN2-4408	0,6 - 0,9	1,0 - 3,0	0,65 - 0,95	-
FLC-4608	0,6 - 0,9	1,6 - 2,0	0,39 - 1,10	1,0 - 3,0
FLC-4908	0,6 - 0,9	-	1,30 - 1,70	1,0 - 3,0
FLNC-4408	0,6 - 0,9	1,0 - 3,0	0,65 - 0,95	1,0 - 3,0

sont grandement influencées par les éléments d'alliages présents dans les pièces frittées, que les éléments d'alliages soient pré-alliés dans la poudre ou ajoutés dans le mélange de poudres. Les prochaines sous-sections décrivent l'effet de certains éléments d'alliages sur les propriétés mécaniques.

2.6.1 Dureté des échantillons frittés

La dureté est une des propriétés à considérer lors de la production de pièces autotrempantes. Des pièces à duretés élevées sont plus résistantes à l'usure lorsqu'elles sont sollicitées mécaniquement. Le meilleur moyen d'augmenter la dureté d'un acier est de le tremper pour produire une microstructure martensitique. La dureté maximale de la martensite est essentiellement liée à la teneur en carbone avant la trempe. La figure 2.24 présente l'effet de la teneur en carbone sur la dureté maximale que peut atteindre la martensite. Pour obtenir une dureté élevée, une teneur en carbone supérieure à 0,6% devrait être utilisée. Quoique la dureté maximale de la martensite soit liée à la teneur en carbone, l'utilisation

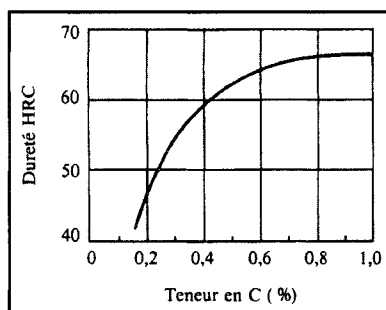


Figure 2.24 : Dureté maximale de la martensite en fonction de la teneur en carbone (Baïlon, Dorlot et Masounave 1986)

d'éléments d'alliages est nécessaire pour rendre l'acier trempant pour ainsi pouvoir obtenir une microstructure martensitique sans nécessiter une vitesse de refroidissement excessivement élevée. Les éléments d'alliage utilisés (Mo, Ni, Cu et V) améliorent la trempabilité des aciers. Un autre moyen d'augmenter la dureté des pièces est la précipitation de particules dures comme les carbures. Le Mo et le V sont des éléments carburigènes et en présence d'une quantité de carbone suffisante, ils ont tendance à former des carbures. Ces carbures augmentent la dureté des pièces. À la figure 2.25 est présenté l'effet de la précipitation de carbures de molybdène en fonction de la teneur en molybdène lors d'un revenu. La figure 2.26 montre un effet semblable de durcissement secondaire avec le vanadium. Le cuivre et le nickel ne forment pas de carbures stables et ont peu

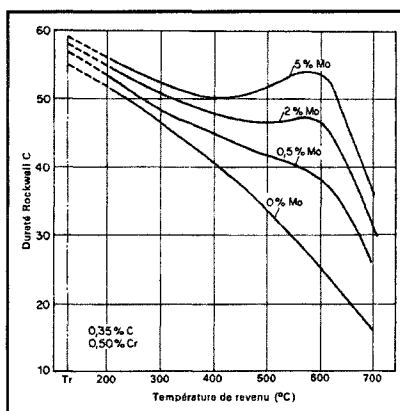


Figure 2.25 : Effet de la précipitation de carbures de molybdène en fonction de la teneur en molybdène lors d'un revenu (Bain et Paxton 1968)

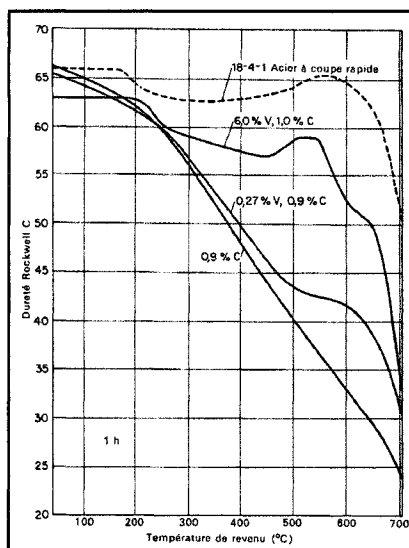


Figure 2.26 : Effet de la précipitation de carbures de vanadium en fonction de la teneur en vanadium lors d'un revenu (Bain et Paxton 1968)

d'influence sur la dureté de l'acier. Cependant, comme ils sont ajoutés dans le mélange de poudre, ils influencent la dureté des pièces en agissant sur la densification des pièces. La figure 2.27 illustre l'effet de l'addition de cuivre et de carbone sur la densité d'échantillons pré-alliés avec 1,5%Mo. Une pièce de densité plus élevée sera plus dure qu'une

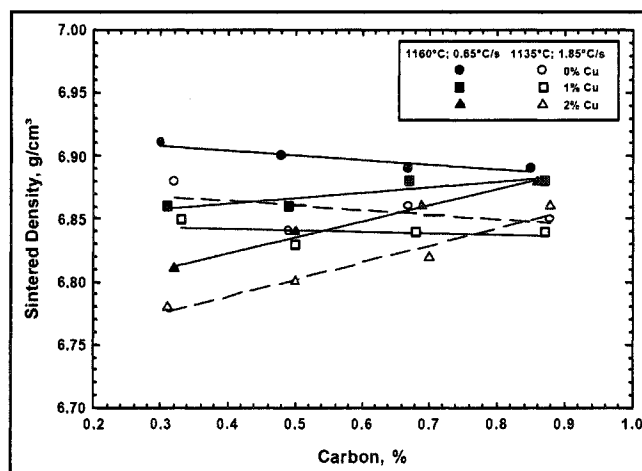


Figure 2.27 : Effet de l'addition de cuivre et de carbone sur la densité d'échantillons pré-alliés avec 1,5%Mo (Chagnon et Trudel 2002)

pièce de densité plus faible. L'addition de cuivre tend à diminuer la densité, alors que le nickel tend à augmenter la densité des pièces (Engström, McLelland et Maroli 2002).

Il est important de faire la distinction entre la dureté réelle et la dureté apparente d'un échantillon poreux. La dureté apparente est la valeur que l'on obtient en mesurant la dureté d'un échantillon poreux. Cette valeur de dureté apparente tient compte du matériau et des pores, contrairement à la dureté réelle d'un acier standard corroyé ne contenant pas de pores. La dureté apparente est toujours plus faible que la dureté réelle pour deux échantillons (un poreux et un non poreux) présentant une composition et une microstructure semblable.

2.6.2 Ténacité

La microstructure joue un rôle déterminant sur la ténacité des pièces métalliques. Les microstructures martensitiques désirées avec les poudres autotrempantes présentent généralement des ténacités relativement faibles, car ces microstructures sont relativement fragiles. Un revenu est généralement effectué pour améliorer la ténacité et la plasticité des microstructures martensitique (Bain et Paxton 1968). La ténacité dépend fortement de la densité des pièces produites par métallurgie des poudres. La porosité de l'échantillon agit comme concentrateur de contraintes et réduit la valeur de ténacité. Le tableau 2.9 présente l'effet de la densité d'un échantillon de fer sur la ténacité et la résistance à la traction. Étant donné que le cuivre et le nickel ajoutés influencent la densité des pièces, l'ajout de ces éléments va avoir un effet sur la ténacité. Le tableau 2.10 présente l'effet du nickel et du cuivre ajoutés à une poudre contenant 1,5Mo (Astaloy Mo) sur la ténacité et la résistance à la traction et le tableau 2.11 l'effet du Ni et du Cu ajoutés à la 737SH (1,25%Mo et 1,4%Ni) sur la ténacité et la résistance à la traction. Quoique la densité des échantillons avec Ni ajouté soit plus élevée que ceux avec Cu ajouté, les tableaux 2.10 et 2.11 montrent que les mélanges avec cuivre donnent une ténacité légèrement plus élevée que les mélanges avec Ni.

Tableau 2.9 : Effet de la densité sur un échantillon de fer sur la résistance à la traction et la ténacité (German 1998)

Densité (g/cm ³)	Résistance à la traction (MPa)	Ténacité (J)
5,8	84	0
6,2	126	2
6,6	166	4
7,0	225	8
7,4	280	40
7,87	335	60

Tableau 2.10 : Effet du nickel et du cuivre ajoutés sur la ténacité et la résistance à la traction d'une poudre contenant 1,5%Mo ($T_{\text{fritage}} = 1120^{\circ}\text{C}$, 6,9g/cm³) (Engström, McLelland et Maroli 2002)

Mélange (+0,8%Gr +0,8%A-wax)	Ténacité (J)	Résistance à la traction (MPa)
AstaloyMo + 2%Ni	14	508
AstaloyMo + 2%Cu	13	545

Tableau 2.11 : Effet du nickel et du cuivre ajouté sur la ténacité et la résistance à la traction de la 737SH (1,25%Mo, 1,4%Ni) (Baran et al. 1999)

Mélange (+0,9%Gr + 0,6% Lonza A-wax)	Densité à cru (g/cm ³)	Densité fritté (g/cm ³)	Ténacité (J)	Résistance à la traction (MPa)
737SH + 2%Ni	6,98	6,99	13,5	-
	-	7,25	-	1117
737SH + 2%Cu	6,96	6,90	15	-
	-	7,17	-	1296

2.6.3 Résistance à la traction

Les éléments d'alliages ont un effet important sur la résistance à la traction. Les tableaux 2.10 et 2.11 montrent l'effet du Cu ajouté et du Ni ajouté sur la résistance à la traction. Les échantillons contenant du cuivre présentent de meilleurs résultats de résistance à la traction que les échantillons contenant du Ni ajouté. Le molybdène a également un effet sur la résistance à la traction. La figure 2.28 présente l'effet de la teneur en molybdène sur la résistance à la traction d'une poudre d'acier contenant 2,8%Mn, 1,7%Si et 0,7%Grahite.

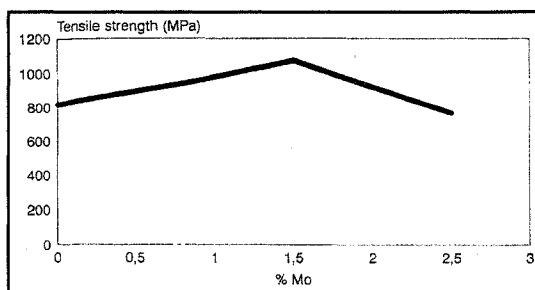


Figure 2.28 : Effet du Mo sur la résistance à la traction d'un acier contenant 2,8%Mn, 1,7%Si et 0,7%Gr (Lindberg 1999)

La figure 2.29 présente l'effet de la teneur en Mo pré-allié, du Cu et du Ni ajoutés et du %C sur la résistance à la traction.

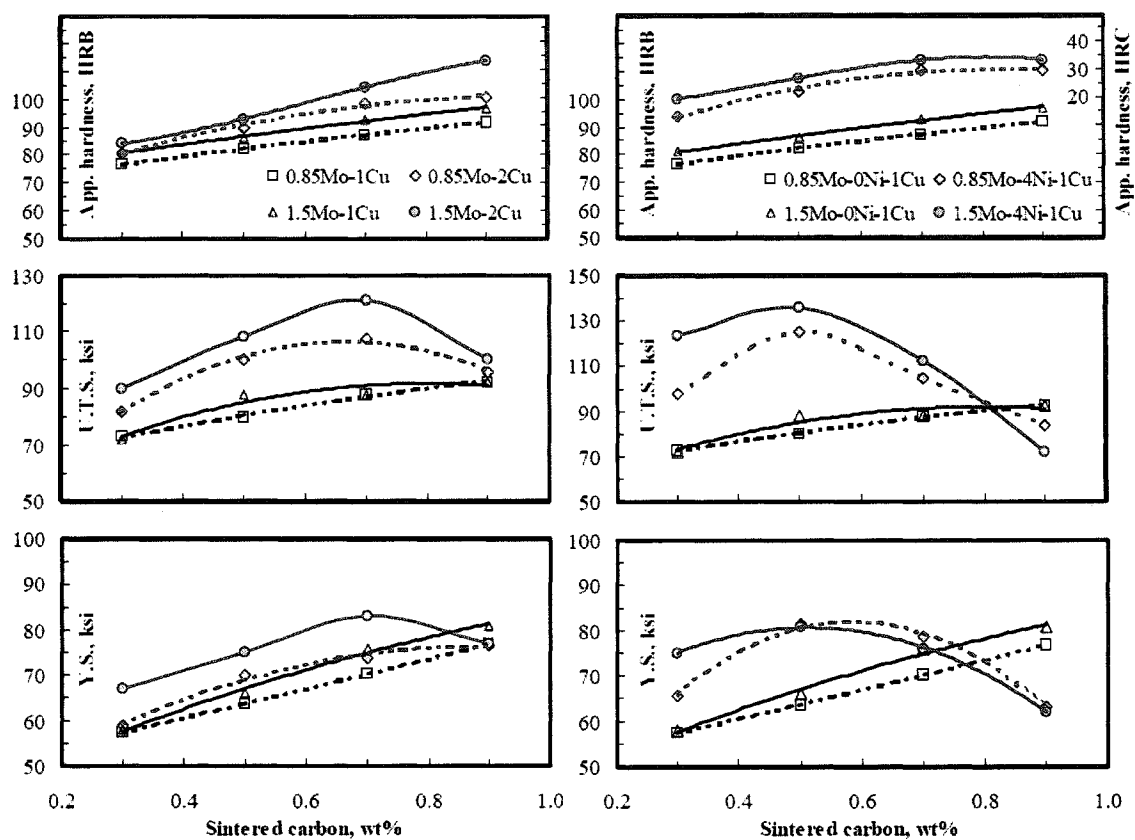


Figure 2.29 : Effet de la teneur en Mo pré-allié, du Cu et du Ni ajoutés et du %C sur la résistance à la traction (St-Laurent, Poirier et Gagnon 2003)

CHAPITRE 3 : PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

3.1 Élaboration des poudres expérimentales et des échantillons

Plusieurs mélanges de poudres autotrempantes ont été étudiés, ainsi que certaines propriétés physiques et mécaniques de ces mélanges. Parmi les propriétés physiques et mécaniques étudiées, l'autotrempabilité, la ténacité et la résistance à la traction ont été évaluées. Les détails de l'élaboration et de la préparation des mélanges et des échantillons sont décrits dans les sous-sections suivantes.

3.1.1 Élaboration des poudres expérimentales

Les poudres de base étudiées dans le cadre de ce mémoire sont toutes des poudres autotrempantes de Domfer. Quelques unes de ces poudres sont des poudres de production standard de Domfer tandis que d'autres poudres sont expérimentales. Le tableau 3.1 présente les niveaux d'éléments d'alliage de toutes ces poudres de base. La majorité de ces poudres ont été utilisées avec leurs compositions initiales, alors que la composition de quelques unes de ces poudres de base ont été modifiées, notamment par l'addition de cuivre.

La majorité des poudres qui ont été étudiées dans le cadre de ce projet sont des poudres de grade usinable. Toutes les poudres qui sont désignées par «FM» (free machining) contiennent des sulfures de manganèse. Ces sulfures sont ajoutés dans le bain liquide avant l'atmosphérisation de la grenaille de fonte. Les sulfures de manganèses facilitent l'usinage des pièces frittées.

Tableau 3.1 : Niveau d'éléments d'alliage des poudres autotrempantes

Poudre	#lot	%Mn	%Mo	%Ni	%V
MP52	25199	0,32	0,77	0,43	0,00
MP55HD	24253	0,45	0,77	1,93	0,00
MP56HD	N/D	0.50	0.97	1.73	0,00
XP36SP2	23638	0,27	0,85	0,00	0,00
MP51FM	22227	0,45	1,31	0,00	0,00
MP52FM	22772	0,64	0,74	0,45	0,00
MP59FM	19661	0,44	1,24	0,4	0,00
MP58FM ₍₁₎	16918	0,63	1,32	0,41	0,18
MP58FM ₍₂₎	22256	0,45	1,28	0,51	0,24
MP58FM ₍₃₎	22797	0,53	1,26	0,42	0,55
MP58FM ₍₄₎	23354	0,51	1,21	0,51	0,55
MP58FM ₍₅₎	23468	0,51	1,25	0,53	0,55

Pour l'évaluation de l'autotrempabilité, des mélanges ont été réalisés en ajoutant divers éléments d'alliages, notamment 2% cuivre, 1% graphite et 0,75% stéarate de zinc comme lubrifiant.

La compressibilité de certains de ces mélanges a été étudiée et la technique de reconstruction granulométrique a été utilisée pour obtenir des poudres présentant des granulométries similaires. Le tableau 3.2 présente les différentes poudres dont la compressibilité a été évaluée.

L'effet du cuivre a également été étudié et plusieurs poudres de base ont été modifiées et plusieurs mélanges ont été élaborés. L'effet de la technique d'alliage du cuivre a été étudié et le tableau 3.3 présente les différents mélanges élaborés et étudiés.

Tableau 3.2 : Composition des poudres étudiées pour l'amélioration de la compressibilité

Poudre	#lot	%Mo	%Ni	%V	%C	%O
MP35SP4	19301	0,00	0,00	0,00	0,0020	0,2800
MP35	24336	0,00	0,00	0,00	0,0044	0,3243
XP36SP2	23638	0,85	0,00	0,00	0,0071	0,2400
MP51FM	22227	1,31	0,00	0,00	0,0053	0,2504
MP52FM	22772	0,74	0,45	0,00	0,0033	0,2771
MP59FM	19661	1,24	0,4	0,00	0,004	0,2200
MP58FM ₍₁₎	16918	1,32	0,41	0,18	0,0060	0,3700
MP58FM ₍₂₎	22256	1,28	0,51	0,24	0,0110	0,2900
MP58FM ₍₃₎	22797	1,26	0,42	0,55	0,0080	0,4800
MP58FM ₍₄₎	23354	1,21	0,51	0,55	0,0260	0,3900
MP58FM ₍₅₎	23468	1,25	0,53	0,55	0,0099	0,4044

Pour les propriétés mécaniques, d'autres mélanges avec du cuivre et du nickel avec différents taux de carbone ont été étudiés. Le tableau 3.4 présente ces mélanges.

3.1.2 Échantillons pour évaluer la compressibilité et l'autotrempabilité

La compressibilité et l'autotrempabilité ont été évaluées à l'aide d'échantillons standards TRS (Transverse Rupture Strength) (MPIF Standards #41 2002). Les échantillons TRS qui ont été frittés ont tous été pressés à une masse volumique de 6,8g/cm³. La figure 3.1 présente une photo d'un échantillon TRS.

Dans le cas plus particulier de l'évaluation de l'autotrempabilité, les échantillons TRS sont légèrement modifiés. Tout d'abord l'échantillon est fritté en laboratoire chez Domfer sous atmosphère d'ammoniaque dissociée à 1120°C pendant 25 min et il est refroidi

Tableau 3.3 : Poudres expérimentales au cuivre

Mélange	Poudre de base	% Cu	Technique d'ajout	Autotrempabilité	Compressibilité
36-2AJ	XP36SP2	2	Ajouté	X	X
36-2AL			Allié	X	X
36-2AR			Allié et recuit		X
36-5AJ		5	Ajouté		X
36-5AL			Allié		X
36-10AJ		10	Ajouté	X	X
36-10AL			Allié	X	X
52-2AJ	MP51FM	2	Ajouté	X	X
52-2AL			Allié	X	X
52-5AJ		5	Ajouté	X	X
52-5AL			Allié	X	X
52-10AJ		10	Ajouté		X
52-10AL			Allié		X
58-2AJ	MP58FM ₍₅₎	2	Ajouté	X	X
58-2AL			Allié		X
58-5AJ		5	Ajouté	X	X
58-5AL			Allié	X	X
58-10AJ		10	Ajouté		X
58-10AL			Allié		X
52-2AJ	MP52	2	Ajouté	X	X
52-2AL			Allié	X	X
52-2AR			Allié et recuit		X
52-5AJ		5	Ajouté	X	X
52-5AL			Allié	X	X
52-5AR			Allié et recuit		X
52-10AJ		10	Ajouté		X
52-10AL			Allié		X
52-10AR			Allié et recuit		X

Tableau 3.4 : Composition chimique des mélanges utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques

Identification	Poudre de base	Modification de la poudre de base	Additifs		% C fritté	Traitement thermiques
			% Cu	% Ni		
P01-R	MP51FM		2		0.8	Trempé
P02-R			2		0.6	Trempé
P03-R	MP59FM		2		0.6	Trempé
P04-R	MP52FM		2		0.6	Trempé
P05-R	MP58FM ₍₅₎		2		0.8	Trempé
P06				2	0.6	Trempé
P06-R				2	0.6	Trempé
P06-R-HT				2	0.6	Trempé
P06B				2	0.6	Bainitique
P06B-R				2	0.6	Bain. rev
P06B-R-HT				2	0.6	Bain. rev
P07-R				2	0.8	Trempé
P08	MP52FM			2	0.6	Trempé
P08-R				2	0.6	Trempé
P08-R-HT				2	0.6	Trempé
P08B				2	0.6	Bainitique
P08B-R				2	0.6	Bain. rev
P08B-R-HT				2	0.6	Bain. rev
P09-R				2	0.8	Trempé
P10-R	MP51FM	2% Cu allié			0.6	Trempé
P11-R			10		0.6	Trempé
P12-R	MP52	2% Cu allié			0.6	Trempé
P13-R		10% Cu allié			0.6	Trempé
P14-R			10		0.6	Trempé
P15-R			2		0.8	Trempé
P16-R			2		0.6	Trempé
P17-R	XP36SP2	10% Cu allié			0.6	Trempé

modérément (45°C/min entre 550°C et 350°C) jusqu'à température ambiante. Un trou d'un diamètre de 0,125 mm (1/8") et d'environ 1cm de profond est percé à une extrémité

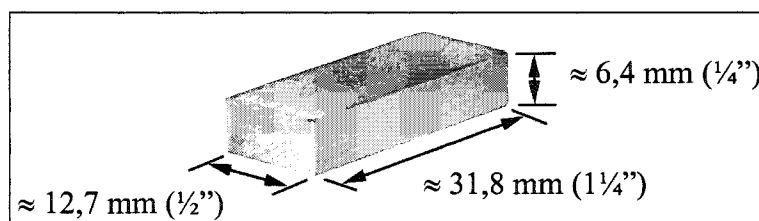


Figure 3.1 : Échantillon standard TRS pour l'évaluation de la compressibilité et de l'autotrempabilité

de l'échantillon fritté pour permettre l'insertion d'un thermocouple. La figure 3.2 présente un schéma d'un échantillon TRS avec l'insertion d'un thermocouple (type K). Ce thermocouple va permettre de connaître la température lors du cycle de frittage et de refroidissement à tout moment.

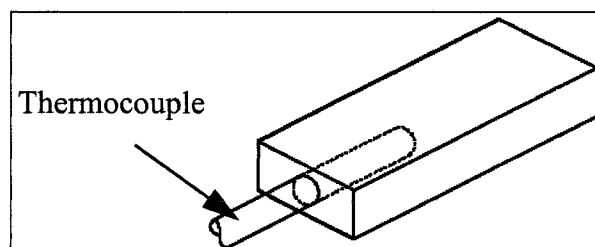


Figure 3.2 : Schéma d'un échantillon TRS avec thermocouple pour l'évaluation de l'autotrempabilité

Tous les échantillons pour évaluer la compressibilité et l'autotrempabilité ont été pressés avec la matrice et la presse du laboratoire de Domfer.

3.1.3 Échantillons pour évaluer la ténacité et la résistance à la traction

Pour l'évaluation de la ténacité, des échantillons standard Izod ont été utilisés (MPIF Standards #40, 2002). À la figure 3.3 est présenté le schéma d'une barre Izod. Pour l'évaluation de la résistance à la traction, des échantillons standard ont également été utilisés (MPIF Standards #10, 2002). La figure 3.4 présente schématiquement les spécifications pour l'évaluation de la résistance à la traction. Dans le cas de ces derniers échantillons,

des éprouvettes Izod sont tout d'abord pressées à une densité volumique de $6,8\text{g/cm}^3$. Ces éprouvettes sont ensuite usinées aux dimensions spécifiées. Tous les échantillons Izod ont été pressés à l'École Polytechnique de Montréal avec une presse hydraulique de 100 tonnes (Enerpac). Tout comme pour les essais d'autotrempabilité, les échantillons Izod sont frittés dans le four de laboratoire de Domfer à 1120°C pendant 25 min, sous atmosphère d'ammoniaque dissociée et refroidis modérément (45°C/min entre 550°C et 350°C) jusqu'à température ambiante.

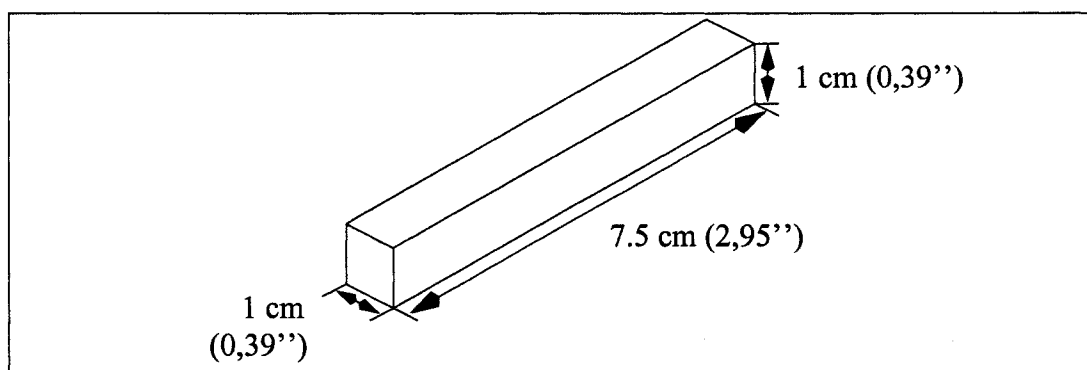


Figure 3.3 : Échantillons Izod utilisés pour évaluer la ténacité

3.2 Montage expérimental

Pour l'évaluation de l'autotrempabilité et pour effectuer les traitements thermiques nécessaires, un four tubulaire a été utilisé. Le montage expérimental est le même que celui utilisé dans des travaux antérieurs (Duchesne 2000, Julien 2002). Le montage consiste en un tube circulaire de quartz inséré dans un four à 3 zones dont les températures sont contrôlées. Il y a une extrémité du four ouverte et une extrémitée fermée. À l'extrémité fermée, un gaz inerte (N_2) est injecté pour éviter l'oxydation et la décarburation des échantillons. À la figure 3.5 est présenté un schéma du montage expérimental utilisé.

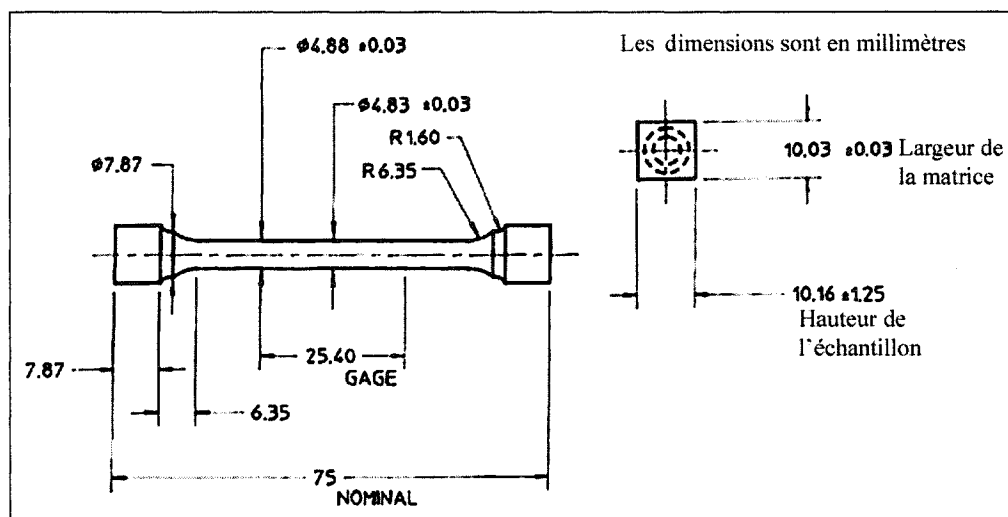


Figure 3.4 : Dimensions des éprouvettes de traction selon la norme (MPIF standards #10 2002)

Pour les essais d'autotrempabilité, les échantillons frittés et munis d'un thermocouple (figure 3.2) sont introduits dans la zone chaude du four tubulaire pour subir une austénitisation. Des températures d'austénitisation de 1000°C et 1120°C ont été utilisées. Après une austénitisation de 25 min, les échantillons sont poussés en direction de l'injection d'azote, hors de la zone chaude. En modifiant le débit de gaz et la position des échantillons, il est possible de contrôler le refroidissement pour obtenir le profil de refroidissement désiré. La dureté des échantillons est prise sur chacun de ceux-ci. Des coupes métallographiques sont ensuite réalisées sur les échantillons pour évaluer quantitativement la présence de chaque phase. Le montage peut également être utilisé pour des traitements thermiques divers tel que des revenus.

Ce montage est utilisé aussi pour autotrempier les barres Izod. Les conditions de frittage sont les mêmes que pour l'évaluation de l'autotrempabilité. Cependant, étant donné qu'il n'est pas possible d'insérer un thermocouple, puisque ces échantillons servent à l'évaluation des propriétés mécaniques, une fausse pièce dans laquelle est inséré un thermocouple est utilisé. Cette fausse pièce est attachée aux échantillons Izod à l'aide de bandes de nickel qui ont été soudées par la technique de soudage par points. La figure 3.6 présente un schéma d'une fausse pièce attachée à un échantillon Izod.

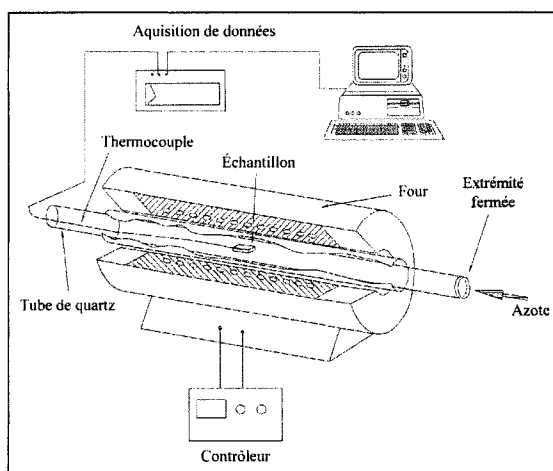


Figure 3.5 : Montage expérimental (Duchesne 2000)

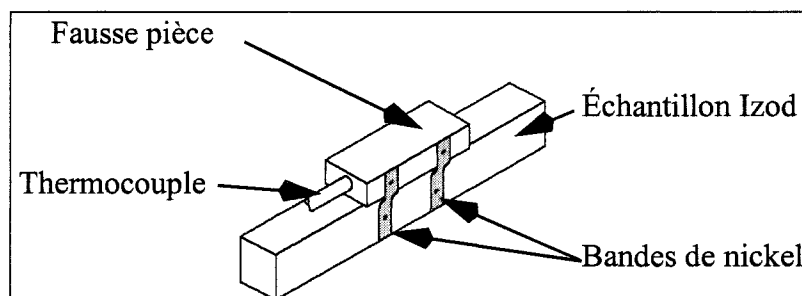


Figure 3.6 : Fausse pièce attachée à un échantillon Izod permettant de contrôler son refroidissement

3.3 Caractérisation microstructurale des échantillons

Tous les échantillons de poudres et ceux frittés ont été observés pour une caractérisation physique ou microstructurale. Certains échantillons de poudre ont été observés directement sans support d'enrobage, tandis que les autres poudres et échantillons pressés et frittés ont été observés à l'aide de support d'enrobage tel la bakélite ou la résine époxy. À la figure 3.7 est présenté un enrobage typique de poudre dans de la résine époxy. Les échantillons frittés sont coupés à l'aide d'une lame de scie diamantée qui permet d'éviter l'échauffement de la zone de coupe. Les échantillons peuvent être observés à l'état poli ou attaqué. Le réactif d'attaque est du Nital 3,5% (3,5% HNO_3 et 96,5% méthanol). Un

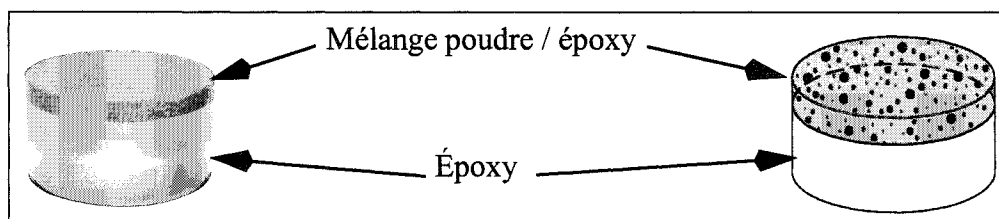


Figure 3.7 : Échantillon typique de poudre enrobé dans de la résine époxy

soin particulier doit être employé lors du polissage des échantillons frittés au niveau de la porosité.

Quelques résultats proviennent de l'observation d'échantillons au microscope électronique à transmission. Ces échantillons ont été préparés par différentes techniques tel le microscope à faisceau ionique focalisé pour l'observation de la matrice et des différents constituants ou à l'aide de répliques d'extraction pour l'observation des particules de 2^{ème} phase.

3.3.1 Microscopie optique

Plusieurs microscopes optiques ont été utilisés pour l'observation en microscopie optique: un Leitz Metallovert, un Zeiss Axioplan et un Nikon Optiphot-100. Des appareils photo numériques et des caméras vidéo couplés avec les microscopes optiques ont été utilisés pour l'observation et l'obtention de micrographies numérisées. Les différentes phases et constituants ont été observés de façon qualitative et quantitative (analyse d'image) sur les échantillons. La martensite, la bainite, la ferrite, les zones riches en cuivre et la porosité sont les principaux constituant observés dans les échantillons analysés. Pour les micro-constituants, précipités, particules de 2^{ème} phase et autres, la microscopie électronique à balayage a été utilisée.

3.3.2 Microscopie électronique à balayage

Pour observer et analyser les microconstituants et pour différencier certaines phases possédant un contraste similaire lorsqu'observées au microscope optique, le microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisé. Le microscope utilisé est un JEOL JSM-840, muni d'un spectromètre rayons X à sélection d'énergie (EDS). Le MEB est un excellent outil complémentaire au microscope optique. Il permet l'observation directe de contrastes chimiques. Comme ce microscope est équipé d'un spectromètre EDS, il permet d'analyser qualitativement et quantitativement les constituants de taille supérieure au micron.

3.3.3 Microscopie électronique à transmission

À quelques occasions, l'utilisation d'un microscope électronique à transmission (MET) a été nécessaire. Le MET utilisé est un CM30 de Philips de 300kV, doté également d'un spectromètre rayons X à sélection d'énergie et équipé d'un spectromètre à pertes d'énergie des électrons transmis (EELS). Le MET est essentiel pour l'observation et la caractérisation de microconstituants de faible taille. Comme mentionné au début de la section 3.3, deux méthodes de préparation ont été utilisées soit les répliques d'extraction et le microscope à faisceau ionique focalisé. La microscopie électronique à transmission nous a servi essentiellement à analyser les précipités fins tels carbures et nitrures dans les poudres et les échantillons frittés.

3.3.4 Analyse d'image

Pour déterminer la proportion des différents constituants, un logiciel d'analyse d'image a été utilisé. Il s'agit du logiciel Clemex Vision de la compagnie CLEMEX. Cet outil permet d'analyser quantitativement les micrographies numérisées provenant d'un microscope optique ou électronique. Ce logiciel nous a permis d'évaluer quantitativement les différents constituants présents sur les micrographies tel la bainite, la martensite ou la porosité.

Les figures 3.8 à 3.11 suivantes présentent une routine typique utilisée pour la quantification d'une microstructure martensitique/bainitique des échantillons.

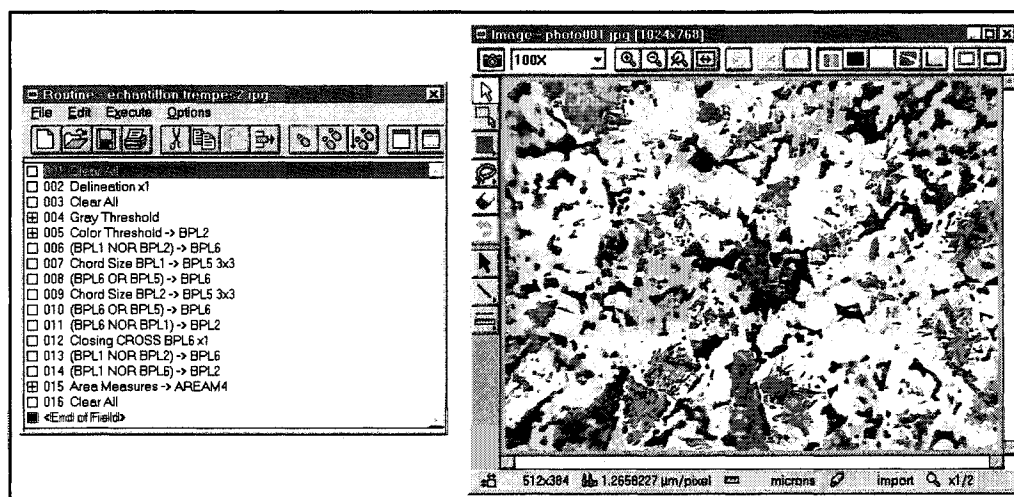


Figure 3.8 : Routine typique utilisée pour la quantification des différents constituants microstructuraux (aquisition de l'image)

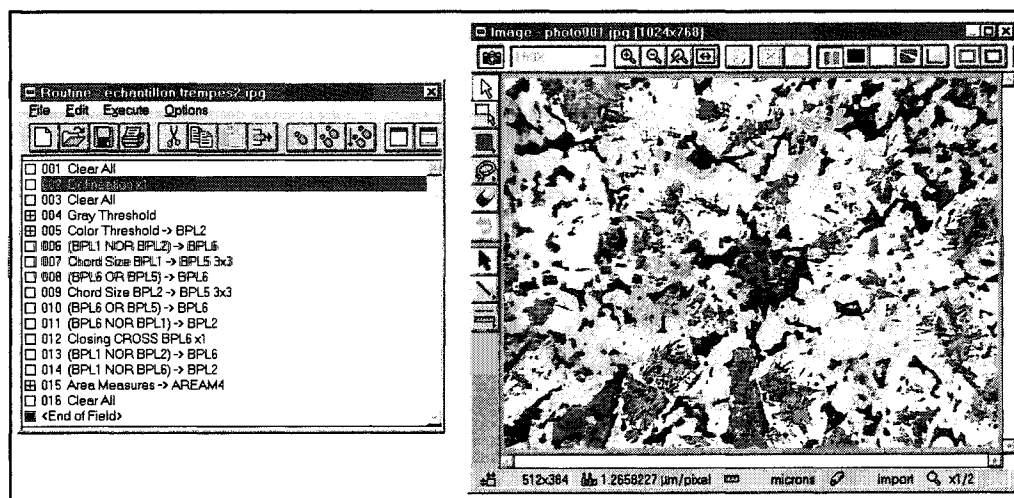


Figure 3.9 : Routine typique utilisée pour la quantification des différents constituants microstructuraux (amélioration de l'image)

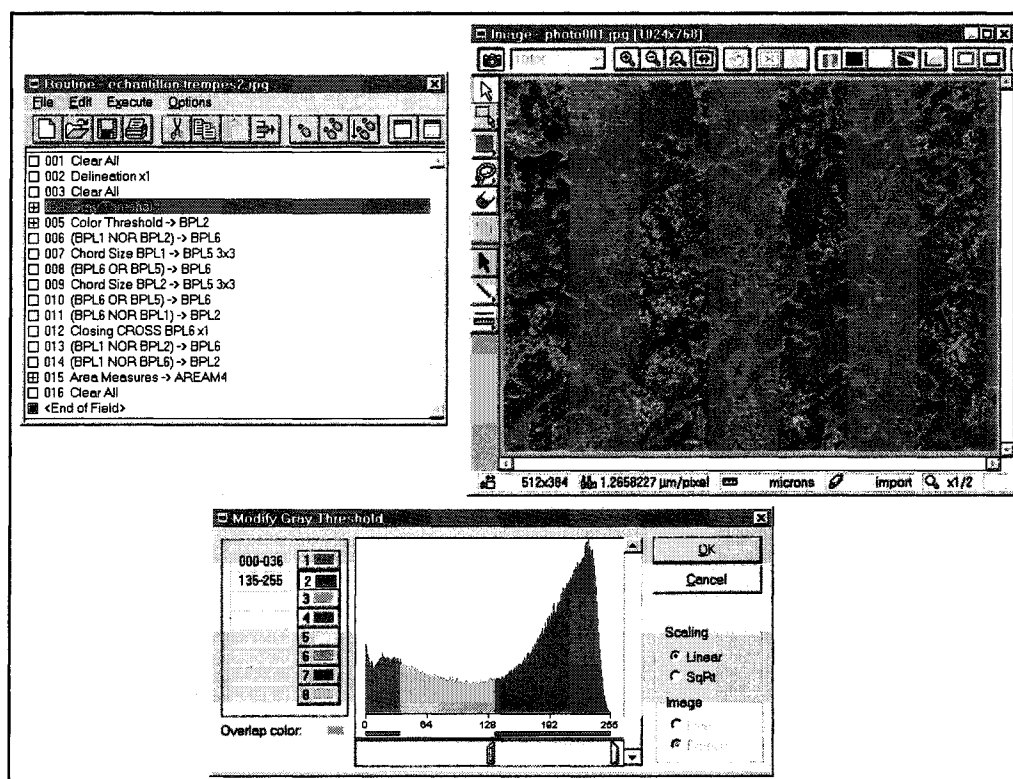


Figure 3.10 : Routine typique utilisée pour la quantification des différents constituants microstructuraux (seuillage)

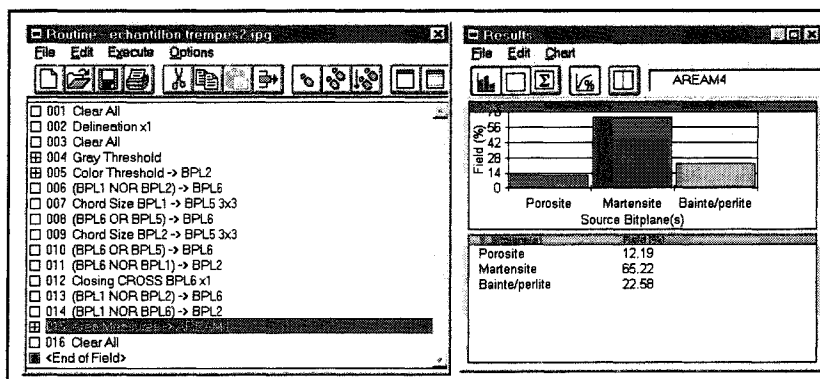


Figure 3.11 : Routine typique utilisée pour la quantification des différents constituants microstructuraux (résultats)

Voici une brève description des différentes étapes de la routine illustrée aux figures 3.8 à 3.11. La première étape (figure 3.9) consiste à améliorer la qualité des images par une

augmentation du contraste entre les différents constituants. La 2^{ème} étape (figure 3.10) consiste à sélectionner les différents constituants en leur appliquant une couleur spécifique à l'aide du seuillage. La 3^{ème} étape consiste à améliorer la sélection de l'étape précédente avec différents critères. La dernière étape (figure 3.11) donne les fractions surfaciques des différentes phases.

3.4 Caractérisation physique et mécanique

Pour la caractérisation des propriétés physiques et mécaniques plusieurs méthodes et appareils ont été utilisés. La caractérisation de ces différentes propriétés est décrite dans les sous-sections suivantes.

3.4.1 Compressibilité

La compressibilité a été évaluée à l'aide d'échantillons TRS standard. Ces essais ont été réalisés à l'aide d'une matrice et d'une presse conformes aux normes (MPIF Standards #45 2002) dans le laboratoire de Domfer. Pour évaluer la masse volumique, les dimensions des échantillons ainsi que le poids ont été mesurés. La presse utilisée, qui est munie d'une cellule de charge calibrée, permet d'obtenir la pression appliquée. Ces deux paramètres permettent de tracer des courbes de compressibilité qui mettent en relation la masse volumique et la pression.

3.4.2 Dureté

La dureté a été évaluée sur les échantillons frittés à l'aide d'un duromètre Rockwell Mitutoyo. Les échelles HRA, HRB ou HRC ont été utilisées, dépendamment de la dureté des échantillons. Des formules ont été utilisées pour comparer les valeurs d'une échelle à l'autre, conformément aux normes (MPIF standards #45 2002). Il est à noter que dans le cas d'échantillons poreux, typiques de la métallurgie des poudres, on utilise le terme de dureté apparente pour faire la distinction d'un échantillon dense.

3.4.3 Microdureté

Les microduretés de poudres et d'échantillons ont également été évaluées. Le microduremètre utilisé est un CLEMEX MT-2001 relié à un ordinateur dans lequel est installé le logiciel Clemex CMT. Ce logiciel permet de mesurer les empreintes et convertit ces mesures, à l'aide d'une base de données, en microdureté. L'échelle Vickers (HV) a été utilisée avec un poids de 25g, à l'exception de mention contraire.

3.4.4 Autotrempabilité

L'autotrempabilité est l'aptitude d'un acier à subir la transformation martensitique ou bainitique directement après le frittage lors du refroidissement de l'acier. Il existe plusieurs méthodes pour évaluer l'autotrempabilité. Pour nos essais, la caractérisation microstructurale, les mesures de dureté et les mesures des taux de refroidissement ont été utilisées. Ces trois mesures, qui sont reliées ensemble sur un même graphique, sont évaluées pour chaque échantillon, pour une composition et des paramètres de frittage déterminés. En mesurant le taux de refroidissement de chacun des échantillons, il est possible de tracer des courbes que l'on nomme diagrammes d'autotrempabilité. Les diagrammes d'autotrempabilité sont constitués de deux sections, une qui met en relation la dureté en fonction du taux de refroidissement et une autre qui met la dureté en fonction de la microstructure. La figure 2.22 présente un diagramme typique d'autotrempabilité (Duchesne 2000). Des séries d'essais sont effectués pour des poudres de chimie différentes et plusieurs paramètres de frittage. Il devient possible de comparer l'effet de la chimie et des paramètres de frittage sur l'autotrempabilité. Il est possible de représenter la dureté de deux façons différentes. On peut utiliser directement la dureté apparente (HRC, HRA, HV, etc.) ou utiliser la dureté relative (équation 3.1).

$$\text{Dureté relative} = \frac{\text{Dureté d'un échantillon (HRC)}}{\text{Dureté maximale parmi tous les échantillons (HRC)}} \quad (3.1)$$

La dureté relative représente la dureté d'un échantillon (dans une échelle spécifiée) sur la dureté de l'échantillon le plus dur (dans la même échelle que celui de l'échantillon). La dureté maximale est généralement la dureté de l'échantillon trempé à l'eau.

3.4.5 Ténacité

La ténacité a été évaluée à l'aide de la méthode Charpy avec des échantillons de type Izod. L'appareil utilisé est un mouton Charpy calibré et conforme aux normes (MPIF Standards #40 2002). Contrairement à l'évaluation de la ténacité pour les pièces denses, qui présentent une entaille, les échantillons fabriqués par métallurgie des poudres ne présentent pas d'entailles, puisque la porosité agit comme amorce de fissure.

3.4.6 Résistance à la traction

La résistance à la traction a été évaluée à l'aide d'un appareil de traction Instron #1125 conforme aux normes (MPIF Standards #10 2002). Les spécifications des éprouvettes sont présentées à la figure 3.4.

CHAPITRE 4 : AUTOTREMPABILITÉ

4.1 Introduction

Les éléments d'alliage sont depuis longtemps utilisés pour accroître la trempabilité des aciers et pour augmenter leurs propriétés mécaniques. Les éléments d'alliage généralement utilisés dans les aciers standards sont le molybdène, le chrome, le nickel, le manganèse, le silicium, ainsi que de nombreux autres. Les poudres d'aciers n'échappent pas à ce fait et des poudres d'acier alliées ont été développées afin d'améliorer la trempabilité et les propriétés mécaniques de pièces fabriquées à partir de ces poudres. Étant donnée la méthode de production utilisée pour certaines poudres, entre autres le procédé Domfer, les éléments d'alliages utilisés communément dans les aciers corroyés ne sont pas nécessairement les mêmes. En effet, comme la poudre d'acier est produite par la réduction d'oxyde de fer et de décarburation de grenaille de fonte broyées, les éléments d'alliage ayant une forte tendance à s'oxyder sont généralement peu employés, puisqu'il y a des risques importants d'oxydation de ces éléments lors de la réduction de l'oxyde de fer. Le molybdène ainsi que le nickel sont les éléments d'alliage les plus employés en métallurgie des poudres autotrempantes. Plus récemment, l'utilisation du chrome et du manganèse gagne en importance comme éléments d'alliage.

On définit l'autotrempabilité dans le domaine de la métallurgie des poudres, comme étant la capacité d'une pièce à présenter une microstructure martensitique et/ou bainitique directement après le frittage, durant le cycle de refroidissement, et ne nécessitant pas de traitements thermiques subséquents. Dans ce chapitre, l'autotrempabilité de poudres expérimentales a été évaluée afin d'étudier l'effet de la composition chimique de ces poudres ainsi que des paramètres de frittage et de refroidissement.

4.2 Autotrempabilité des poudres expérimentales

Dans cette section, sont présentées les courbes d'autotrempabilité des poudres expérimentales récemment développées. Les résultats d'autotrempabilité sont présentés sous la forme de diagrammes d'autotrempabilité. Ces diagrammes relient sur un même graphique trois paramètres, soit le taux de refroidissement, la dureté et la microstructure, caractérisée par le pourcentage de martensite, de chacun des échantillons des essais réalisés. L'effet de la teneur en molybdène ainsi qu'en vanadium furent étudiées. Le tableau 4.1 présente les compositions chimiques (déterminées par absorption atomique) des poudres autotrempantes étudiées.

Tableau 4.1 : Compositions chimiques des poudres autotrempantes

Poudre	#lot	%C	%O	%S	%Mn	%Mo	%Ni	%V
MP52	25199	0,005	0,28	0,017	0,32	0,77	0,43	0,00
MP55HD	24253	0,001	0,32	0,017	0,45	0,77	1,93	0,00
MP56HD	-	-	-	-	0,50	0,97	1,73	0,00
XP36SP2	23638	0,004	0,23	0,215	0,27	0,85	0,00	0,00
MP51FM	22227	0,001	0,24	0,260	0,45	1,31	0,00	0,00
MP52FM	22772	0,007	0,25	0,236	0,64	0,74	0,45	0,00
MP59FM	19661	0,004	0,22	0,237	0,44	1,24	0,4	0,00
MP58FM ₍₁₎	16918	0,006	0,37	0,217	0,63	1,32	0,41	0,18
MP58FM ₍₂₎	22256	0,011	0,29	0,194	0,45	1,28	0,51	0,24
MP58FM ₍₃₎	22797	0,008	0,48	0,237	0,53	1,26	0,42	0,55
MP58FM ₍₄₎	23354	0,026	0,39	0,208	0,51	1,21	0,51	0,55
MP58FM ₍₅₎	23468	0,009	0,42	0,188	0,51	1,25	0,53	0,55

Au tableau 4.2 est présenté la composition chimique des mélanges utilisés pour la préparation des échantillons servant à l'élaboration des diagrammes d'autotrempabilité. Il s'agit

de mélanges A1 typiques de la métallurgie des poudres. Les échantillons ont été pressés à une densité de $6,8\text{g/cm}^3$.

Tableau 4.2 : Composition des mélanges A1

Éléments ajoutés	Quantité (% poids)
Graphite	1,00
Cuivre	2,00
Stéarate de zinc	0,75
Poudre de base	97,00

4.2.1 Effet du vanadium sur l'autotrempabilité

Le premier élément que nous avons étudié sur l'autotrempabilité fut le vanadium. Le vanadium est un élément très utilisé dans les aciers à haute résistance faiblement alliés et plus particulièrement dans les aciers micro-alliés (ASM Handbook 1990). Un des avantages importants du vanadium est la formation des précipités fins dans la matrice à relativement haute température. Les précipités produits avec le vanadium sont principalement des nitrures et des carbures (Meyers et Chawla 1984). Un de ses désavantages les plus importants est la facilité avec laquelle il s'oxyde pour former des oxydes de vanadium, ce qui en fait la raison principale pour laquelle il est très rarement utilisé en métallurgie des poudres. En effet, les oxydes stables à haute température sont très difficiles à réduire dans les fours conventionnels utilisés pour la production de poudres.

À la figure 4.1 sont présentées les courbes d'autotrempabilité des poudres contenant du vanadium ($\text{MP58FM}_{(1)}$, $\text{MP58FM}_{(2)}$ et $\text{MP58FM}_{(4)}$), ainsi qu'une poudre de référence ne contenant pas de vanadium (MP59FM). Pour une gamme de vitesses de refroidissement moyennes, comprise entre 10°C/min et 60°C/min , l'autotrempabilité des poudres augmente avec une teneur croissante en vanadium. La MP59FM qui ne contient pas de vanadium est la poudre la moins trempante de cette série, suivie des poudres $\text{MP58FM}_{(1)}$ et

MP58FM₍₂₎ qui présentent une autotrempabilité semblable. La MP58FM₍₄₎ qui contient la teneur la plus élevée en vanadium présente l'autotrempabilité la plus élevée de cette série. Pour des vitesses de refroidissement plus élevées, $>80^{\circ}\text{C}/\text{min}$, l'autotrempabilité de ces poudres est sensiblement la même. D'après ces résultats, il est possible d'affirmer que l'ajout de vanadium augmente l'autotrempabilité des poudres contenant du molybdène dans une gamme de refroidissement modérée.

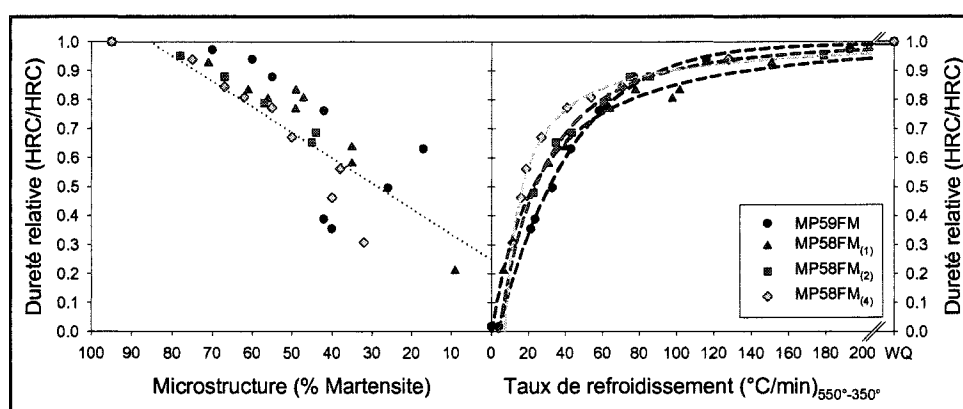


Figure 4.1 : Autotrempabilité des poudres MP59FM, MP58FM₍₁₎, MP58FM₍₂₎ et MP58FM₍₄₎ austénitisées à 1000°C

Étant donné la facilité à laquelle le vanadium s'oxyde, des analyses réalisées à l'aide d'un microscope à balayage équipé d'un spectromètre rayons-X à dispersion de longueur d'ondes (WDS), ont été faites sur les poudres contenant du vanadium. Ces analyses ont permis de déterminer la quantité de vanadium présent en solution solide dans les poudres et qui participe à l'autotrempabilité lors du refroidissement. Au tableau 4.3 sont présentées les teneurs en éléments d'alliage en solution solide pour trois poudres de MP58FM contenant des teneurs différentes de vanadium.

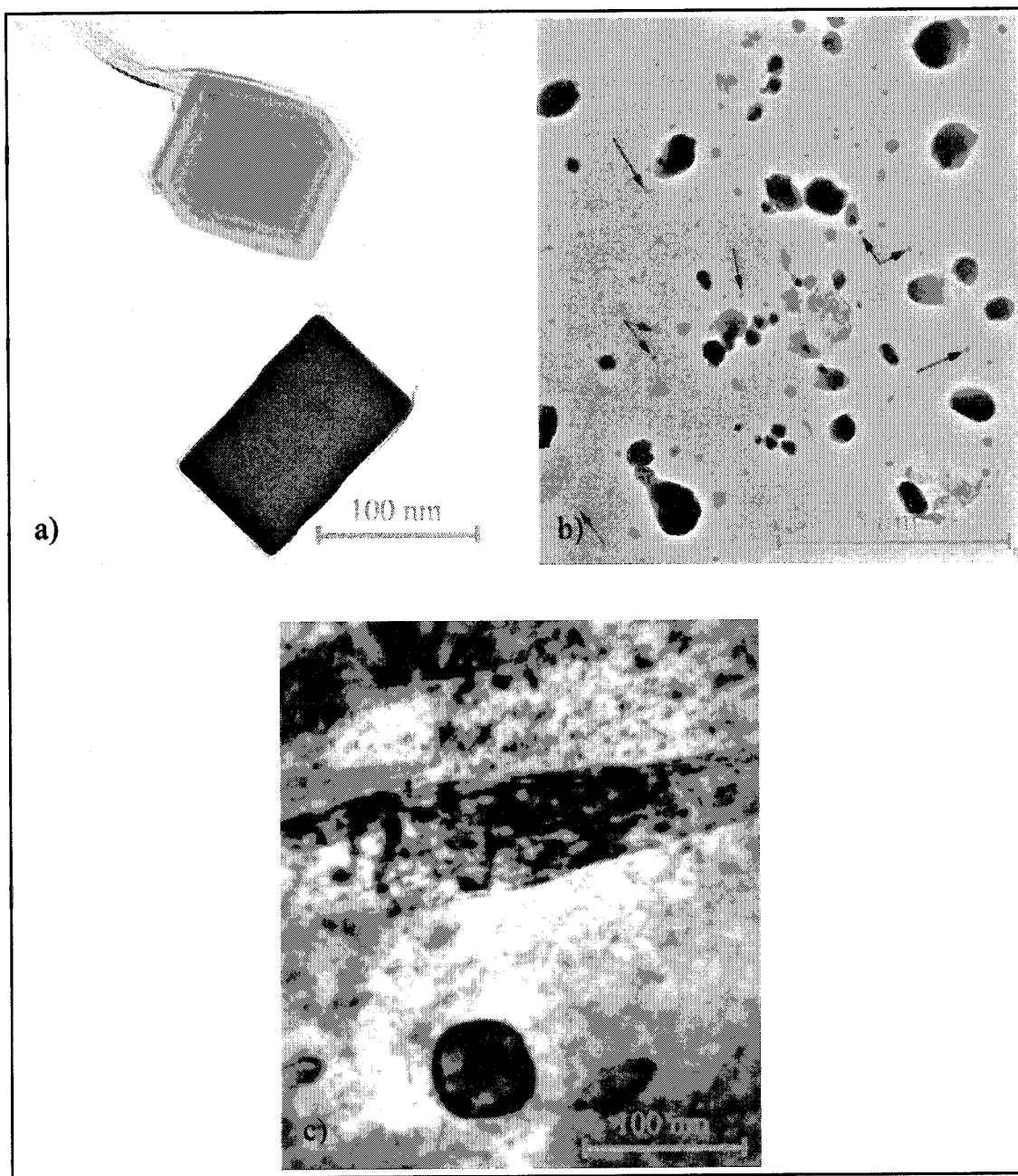
À partir des valeurs de vanadium du tableau 4.3, il est possible de relier la teneur en vanadium avec les résultats d'autotrempabilité. En effet, pour la MP58FM₍₁₎ et la MP58FM₍₂₎, la quantité de vanadium en solution solide est très semblable d'où une autotrempabilité

Tableau 4.3 : Teneur des éléments en solution solide dans les poudres de MP58FM

Élément	MP58FM₍₁₎ (% poids)	MP58FM₍₂₎ (% poids)	MP58FM₍₃₎ (% poids)
% S	0,015	0,022	0,030
% O	0,000	0,000	0,000
% Mn	0,040	0,020	0,055
% Si	0,000	0,000	0,000
% Fe	97,899	98,298	97,520
% Cu	0,112	0,086	0,140
% Mo	1,747	1,720	1,636
% V	0,021	0,032	0,147
% Ni	0,501	0,446	0,484

similaire. La MP58FM₍₄₎ présente une teneur beaucoup plus élevée en vanadium en solution solide et est donc plus trempante. Toutefois, comme il est très difficile de caractériser l'azote et le carbone à l'aide de cette technique, il est fort possible qu'il y ait présence de nitrures de vanadium et/ou de carbures de vanadium. Le vanadium combiné dans ces particules de deuxième phases n'aurait pas d'effet sur l'autotrempabilité, mais il peut toutefois y avoir durcissement de l'échantillon par la présence de ces particules. Les teneurs de vanadium du tableau 4.3 surestiment fort probablement la teneur réelle en solution solide dans ces poudres puisque la technique ne permet pas de différencier le vanadium en solution solide du vanadium combiné. D'ailleurs, des particules de vanadium nanométriques ont déjà été observées au microscope électronique à transmission (Murray 2002). À la figure 4.2 suivante sont présentées des images prises en microscopie en transmission de nitrures de vanadium sur une réplique d'extraction et d'un carbure de vanadium / molybdène d'une lame mince réalisée au FIB d'un échantillon de MP58FM.

À la figure 4.2 b) une quantité importante de nitrures nanométriques est visible. Il devient donc évident que les teneurs de vanadium en solution solide obtenues par analyses WDS



**Figure 4.2 : a), b) Nitrures de vanadium
c) Carbure de molybdène et vanadium**

sont des surestimations des teneurs réelles. Un autre aspect non négligeable est que les teneurs du tableau 4.3 sont dans les poudres de base. L'autotrempabilité des différentes poudres a été évaluée avec des barres pressées et frittées composées d'un mélange conte-

nant des additifs tel le carbone. Le fait que les barres soient portées à haute température rend possible la dissolution des nitrures et des carbures fins, ainsi que la réduction d'une partie des oxydes de vanadium qui représentent la forme la plus importante des composés de vanadium.

4.2.2 Effet du molybdène sur l'autotrempabilité

Le molybdène étant fréquemment employé comme élément d'alliage en métallurgie des poudres, des nouvelles poudres alliées principalement avec cet élément ont été développées. La caractérisation de l'autotrempabilité de ces poudres a permis d'étudier l'effet de la teneur en molybdène. Deux poudres d'acier à base de molybdène ont été développées, soit la XP36SP2 et la MP51FM. Les compositions chimiques de ces deux poudres se retrouvent au tableau 4.1. À la figure 4.3 est présenté le diagramme d'autotrempabilité des deux poudres d'acier au molybdène, ainsi que la MP52FM comme poudre de référence.

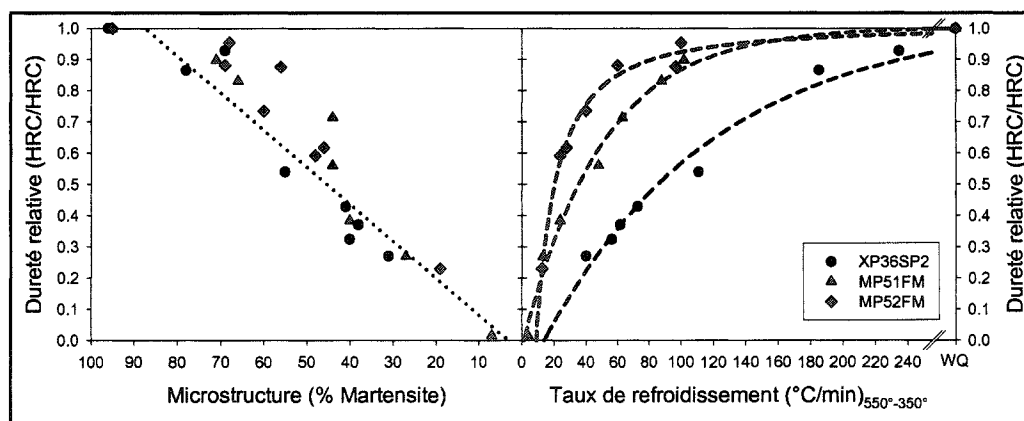


Figure 4.3 : Autotrempabilité des poudres XP36SP2 et MP51FM

L'autotrempabilité de la MP51FM est plus élevée que celle de la XP36SP2. Pour un refroidissement moyen de 40°C/min, la dureté relative des échantillons passe de 0,2 à 0,4. Une teneur en molybdène plus élevée améliore la trempabilité des aciers, car elle retarde beaucoup la formation de perlite, sans toutefois retarder la formation de la bainite aussi

fortement (Archer, Briggs et Loeb 1948). Le molybdène favorise donc la formation de martensite, mais majoritairement la formation de bainite. À la figure 4.4 sont présentées des micrographies d'échantillons autotrempés de MP51FM. Sur ces micrographies, les zones noires sont des porosités, les zones claires sont de la martensite et les zones grises sont de la bainite.

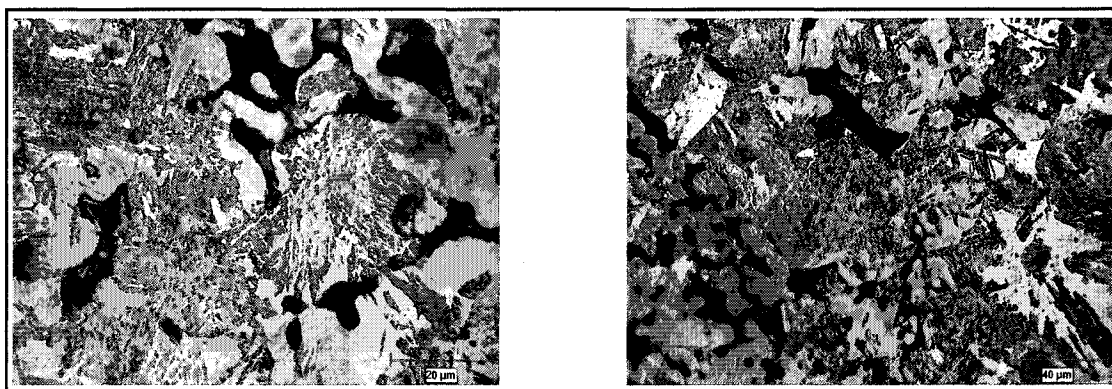


Figure 4.4 : Micrographies de structures duplexes (bainite et martensite) d'échantillons de MP51FM autotrempés

À la figure 4.5 est présenté le diagramme d'autotrempabilité de la MP51FM, la MP59FM et la MP52FM. Cette figure permet de bien mettre en évidence l'effet du molybdène sur la formation de bainite.

En comparant les courbes de MP52FM et MP59FM de la figure 4.5, la MP52FM est plus trempante que la MP59FM. Pourtant la seule différence de composition chimique entre ces deux poudres est la quantité de molybdène (0,74% Mo pour la MP52FM et 1,24% Mo pour la MP59FM). D'après ces résultats, l'effet du molybdène semble être négatif sur l'autotrempabilité, puisqu'une teneur plus faible de molybdène présente une quantité de martensite plus élevée. Cependant, il serait plus juste d'expliquer l'influence du molybdène, comme étant un élément agissant principalement sur la transformation perlitique. L'ajout d'une quantité plus importante de molybdène ne favorisera pas beaucoup plus la formation de martensite, mais ralentit d'une façon importante la formation de la perlite. À la figure 4.5, il est également possible de visualiser l'effet de l'ajout de nickel sur la trem-

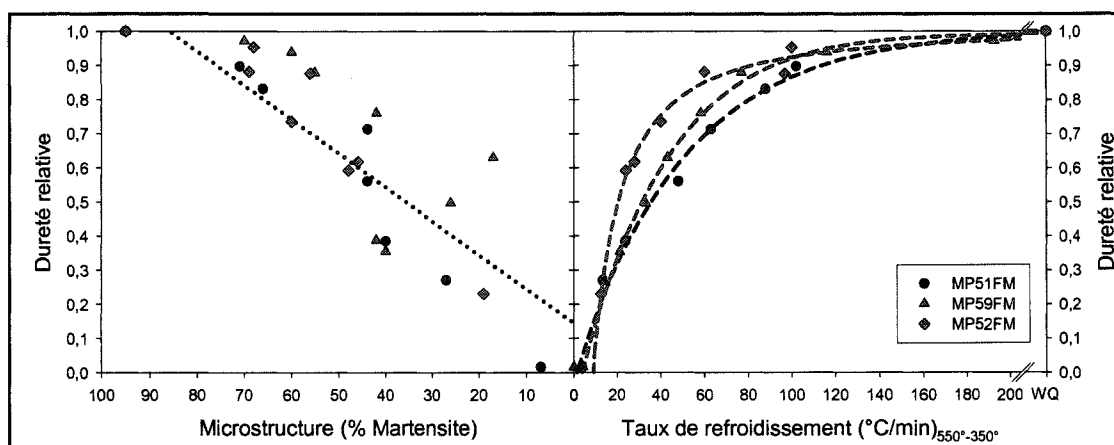


Figure 4.5 : Autotrempeabilité de la MP51FM, la MP59FM et la MP52FM

tabilité. L'ajout d'une faible teneur en nickel ($\approx 0,5\%$) dans une poudre contenant plus de 1% de molybdène (MP59FM) n'améliore que très légèrement l'autotrempeabilité de ces poudres. Ce dernier résultat confirme certaines hypothèses de travaux réalisés précédemment (Julien 2002).

À la figure 4.6 suivante sont présentés des diagrammes TTT, montrant l'influence d'une augmentation de la teneur en molybdène (0,009% Mo à 0,29% Mo) d'un acier austénisé à 845°C contenant approximativement 0,43% C, 0,68% Mn et 0,25% Si. Aux figures 4.7 à 4.9 sont présentés l'influence de la teneur en molybdène de plusieurs aciers sur les transformations lors de refroidissement continu (diagrammes CCT).

Au tableau 4.4 sont présentés les temps minimums pour avoir un début de transformation microstructurale lors d'un refroidissement continu pour des aciers dont les diagrammes CCT sont présentées aux figures 4.7 à 4.9. Dans ce tableau, l'effet du molybdène et du nickel est mis en évidence sur les transformations microstructurales.

En observant toutes les valeurs du tableau 4.4 pour des teneurs de 0% Ni et 0,7% Ni, on remarque que les temps minimums de transformation pour la bainite varient très peu. Le

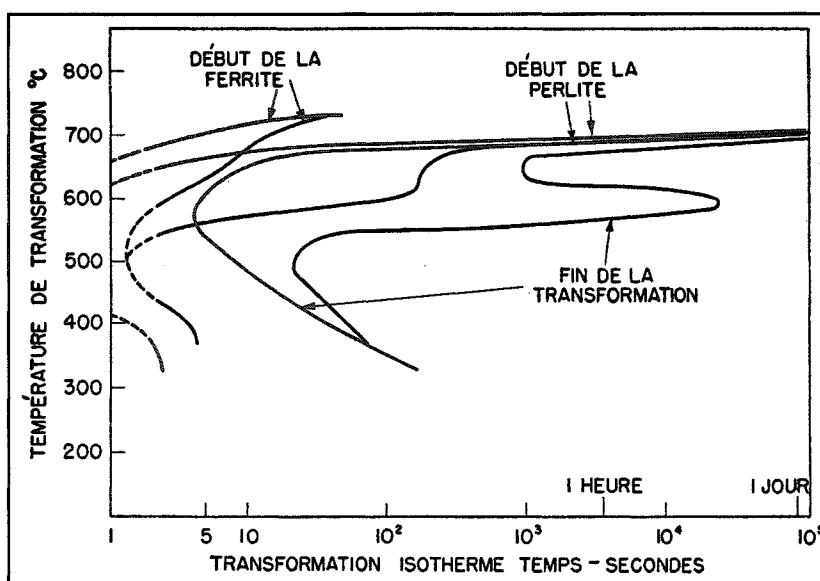


Figure 4.6 : Influence d'une augmentation de la teneur en molybdène d'un acier austénitisé à 845°C contenant approximativement 0,43%C, 0,68% Mn et 0,25% Si sur les transformations isothermes. La courbe rouge représente un acier contenant peu de molybdène (0,009% Mo) et la courbe noire représente un acier contenant une quantité plus importante de molybdène (0,029% Mo)(Archer, Briggs et Loeb 1948)

délai maximal pour avoir transformation bainitique est d'au plus 9 secondes. Contrairement à la transformation bainitique, l'effet du molybdène est très marqué sur la transformation perlitique. En effet, en augmentant la teneur en molybdène, le délai maximal pour avoir transformation perlitique passe de presque nul à 0% Mo, à 70 secondes pour un ajout de 0,25% Mo et passe à plus de 112 secondes pour un ajout de 0,50% Mo. Pour des teneurs plus élevées en nickel (1,4% Ni), l'effet du molybdène sur la transformation perlitique est considérable, tandis que sur la transformation bainitique l'effet est beaucoup moins marqué, mais est tout de même plus important que pour de faibles teneurs en nickel. Ces résultats prouvent bien que l'ajout de molybdène retarde de façon importante la formation de perlite, sans toutefois affecter grandement la formation de bainite.

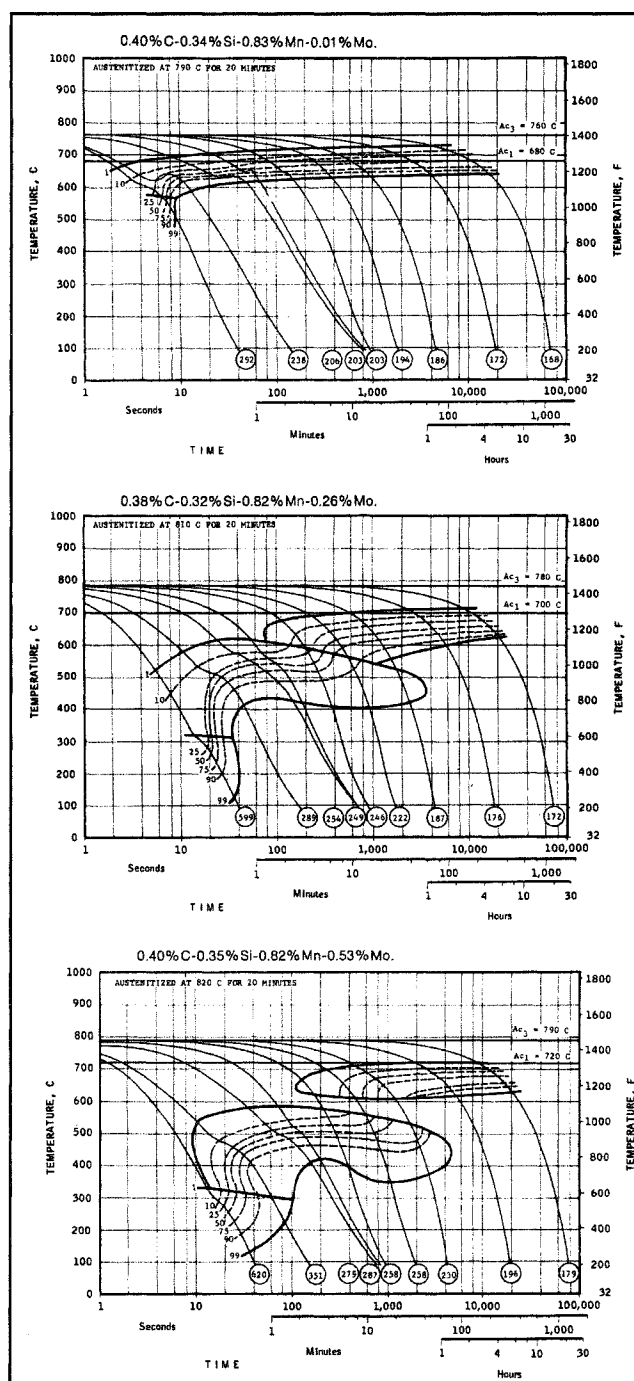


Figure 4.7 : Effet du molybdène sur les courbes de transformations de refroidissement continu d'un acier contenant approximativement 0,39% C, 0,3% Si et 0,8% Mn (Witold)

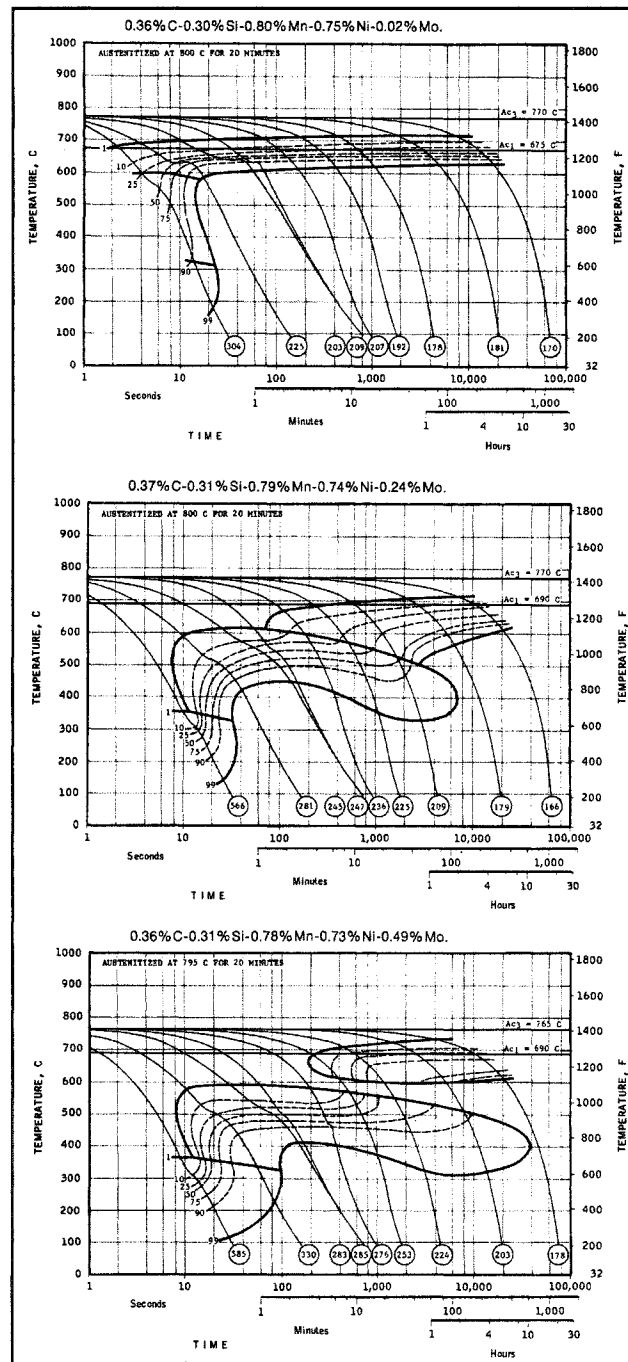


Figure 4.8 : Effet du molybdène sur les courbes de transformations de refroidissement continu d'un acier contenant approximativement 0,36% C, 0,3% Si, 0,8% Mn et 0,7%Ni (Witold)

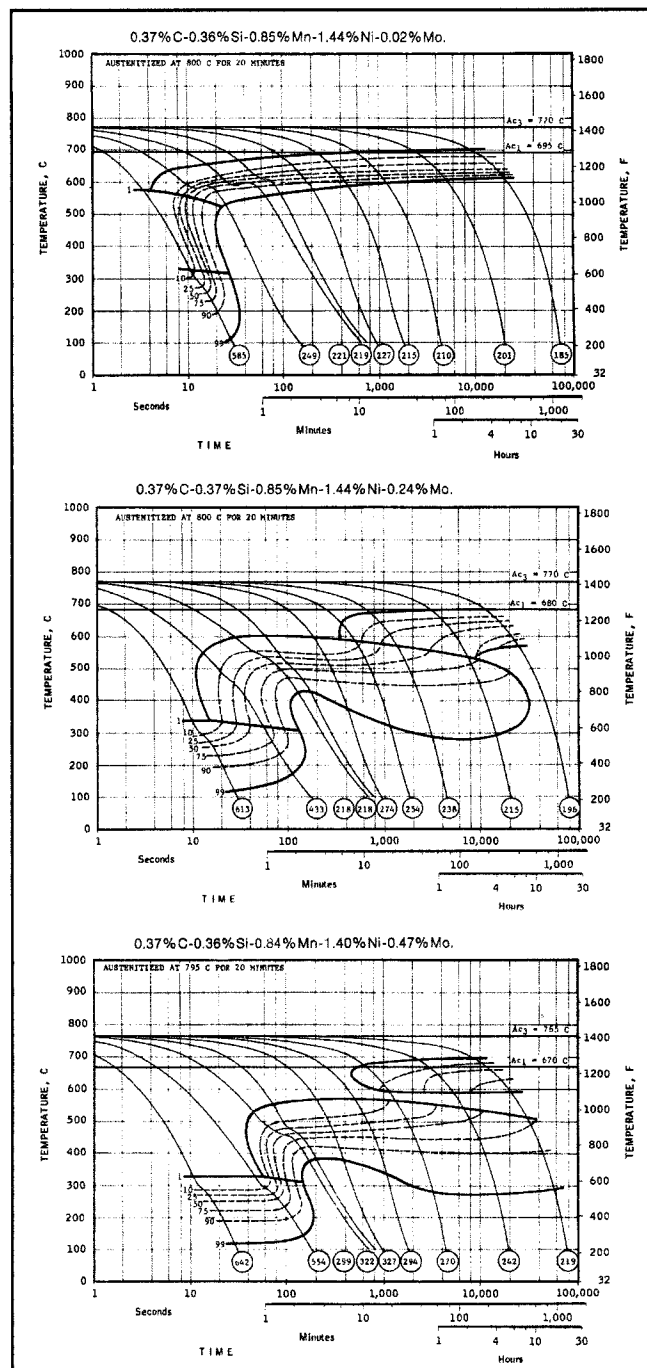


Figure 4.9 : Effet du molybdène sur les courbes de transformations de refroidissement continu d'un acier contenant approximativement 0,37% C, 0,3% Si, 0,8% Mn et 1,4%Ni (Witold)

Tableau 4.4 : Temps pour débuter les transformations microstructurales lors d'un refroidissement continu en fonction de la teneur en nickel et en molybdène

Chimie de l'alliage (0,38% C, 0,3% Si et 0,8% Mn)	Microstructure	Temps pour débuter la transformation (s)		
		0% Mo	0,25% Mo	0,50% Mo
0% Ni	Perlite	Très faible	73	112
	Bainite	Très faible	< 6	9
0,7% Ni	Perlite	Très faible	70	188
	Bainite	Très faible	7	8
1,4% Ni	Perlite	4	332	460
	Bainite	Très faible	11	37

4.2.3 Performance de l'autotrempabilité des nouvelles poudres

Dans cette section, est comparée l'autotrempabilité de toutes les poudres expérimentales avec celle des poudres autotrempantes de référence. À la figure 4.10, l'autotrempabilité de toutes les poudres expérimentales, de même que deux poudres de référence, soit la MP52FM et la MP55HD sont présentées. La compressibilité (30tsi / 414MPa) de chacune des poudres y est également présentée. La compressibilité de chacune des poudres a été évaluée avec la granulométrie propre à chacun des lots à la sortie de la production en usine et se retrouve au tableau 4.5.

Comme il s'avère relativement difficile de comparer l'autotrempabilité de l'ensemble des poudres, une valeur de taux de refroidissement critique s'impose pour permettre d'évaluer la performance des poudres. Ce taux de refroidissement critique a été défini comme étant celui où la microstructure de l'échantillon se compose de 50% de martensite. La figure 4.11 suivante illustre le taux de refroidissement critique de chacune de ces poudres, ainsi que leur compressibilité.

Tableau 4.5 : Granulométrie des poudres étudiées pour l'autotrempabilité

Taille (mesh / * μm)	#lot	60 / *250	80 / *180	100 / *150	140 / *106	200 / *75	325 / *45	-325 / <*45
XP36SP2	23638	0,0	10,7	13,1	21,0	22,0	22,8	10,4
MP51FM	22227	0,0	3,3	5,0	19,3	27,8	30,3	14,3
MP59FM	19661	0,7	9,1	9,0	13,3	23,9	22,5	11,5
MP58FM ₍₁₎	16918	0,0	2,9	7,0	26,8	28,0	24,3	11,0
MP58FM ₍₂₎	22256	0,0	2,8	5,1	19,4	28,3	30,2	14,2
MP52FM	22772	0,0	3,3	5,4	20,5	29,7	28,3	12,8
MP58FM ₍₄₎	23354	0,0	0,8	5,2	18,5	29,5	32,3	13,7
MP55HD	24253	0,0	1,1	5,4	19,4	29,7	30,9	13,5

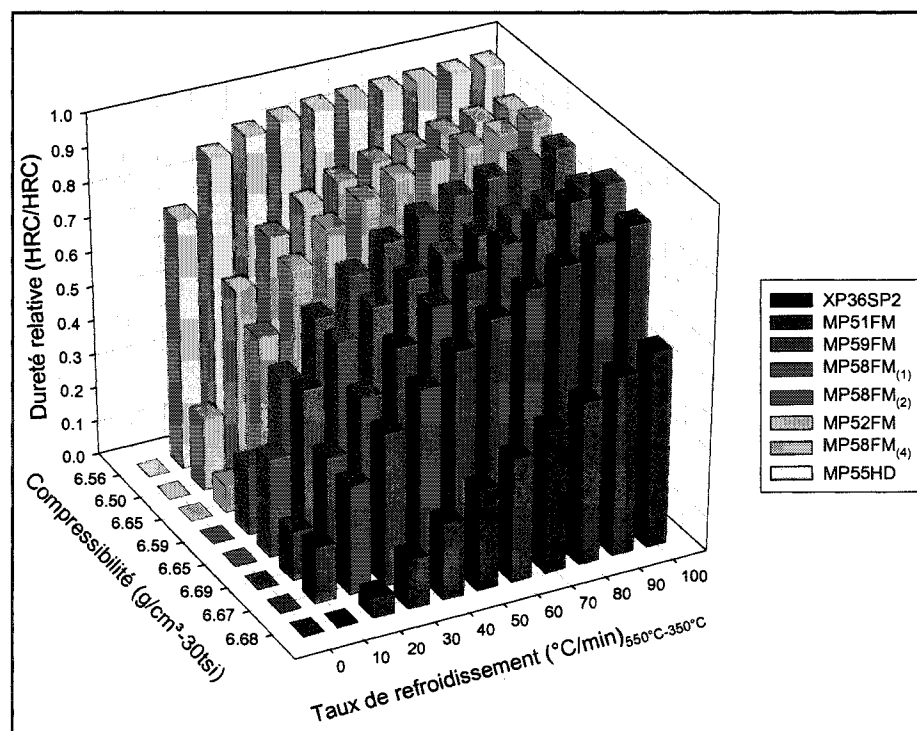


Figure 4.10 : Autotrempabilité des poudres expérimentales et compressibilité

Cette dernière figure permet d'évaluer la performance de chacune des poudres comparativement aux poudres de référence, soit la MP55HD et la MP52FM. Un des problèmes des

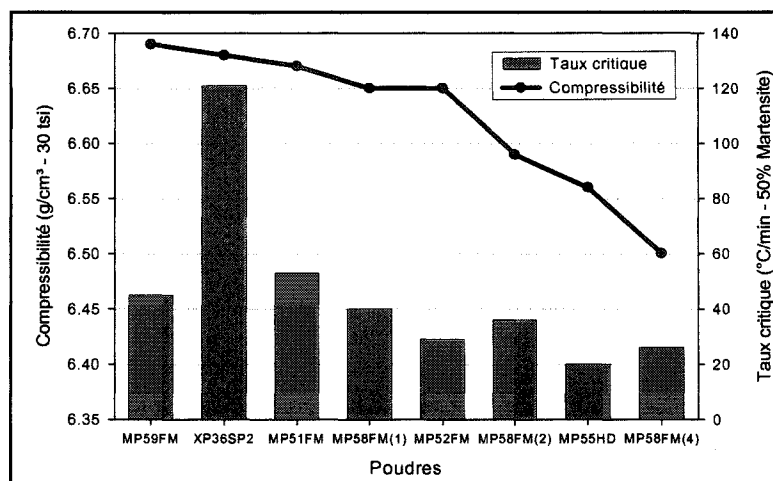


Figure 4.11 : Autotrempabilité et compressibilité des poudres expérimentales

poudres autotrempantes est la réduction de compressibilité créée par le durcissement par solution solide causée par l'addition des éléments d'alliages et par la présence d'oxydes souvent composés d'éléments d'alliages et d'impuretés. Pour évaluer la performance, le critère principal a donc été fixé comme étant la compressibilité. À la figure 4.11, les poudres présentant de meilleures compressibilités que la poudre de référence la plus compressible (MP52FM), sont la MP59FM, la XP36SP2, la MP51FM et la MP58FM₍₁₎. Le critère secondaire est l'autotrempabilité, représenté ici par le taux critique. Dans les candidats potentiels présentant une bonne compressibilité, le taux critique de la XP36SP2 est beaucoup plus élevé (121°C/min), la rendant moins performante comme nouvelle poudre autotrempante. Les trois autres poudres, la MP59FM, la MP51FM et la MP58FM₍₁₎, présentent un taux critique légèrement supérieur à celui de la MP52FM. La MP58FM₍₁₎ est légèrement plus trempante que les deux autres poudres à cause de la présence de vanadium. Le vanadium lui confère quelques désavantages, tout d'abord parce qu'il est un élément d'alliage relativement coûteux, mais également parce qu'il est difficile d'empêcher son oxydation lors de l'élaboration de la poudre d'acier. La MP59FM et la MP51FM sont les deux poudres autotrempantes les plus performantes. Elles présentent une bonne compressibilité, une bonne autotrempabilité et peu d'éléments facilement oxydables.

4.2.4 Modélisation des courbes d'autotrempabilité (1000°C)

À partir des différentes courbes d'autotrempabilité (figures 4.1, 4.3 et 4.5), il est possible d'établir une relation mathématique empirique permettant d'évaluer la dureté relative en fonction du taux de refroidissement. Une relation qui s'adapte bien à la majorité des courbes est de type hyperbolique (équation 4.1).

$$\text{Dureté relative } \left(\frac{\text{HRC}}{\text{HRC}} \right) = a - \left(\frac{b}{\{ 1 + (c \times \text{Vitesse } (^{\circ}\text{C}/\text{min})) \}^{\left(\frac{1}{d} \right)}} \right) \quad (4.1)$$

Chacun des paramètres (a, b, c et d) a été déterminé à l'aide d'une courbe de régression pour chaque mélange étudié. Le tableau 4.6 présente les paramètres de l'équation 4.1 pour chacun des mélanges. Étant donné le peu de données expérimentales pour de faibles taux de refroidissement, cette relation ne devrait pas être utilisée pour des refroidissements lents. La limite inférieure recommandée pour l'utilisation de cette relation est d'environ 10°C/min.

4.3 Effet du profil de refroidissement

Jusqu'à présent, la gamme de températures considérées pour définir le taux de refroidissement se situe dans la zone de transformation perlitique et bainitique. En fonction des groupes de recherche, cette zone peut varier entre 300°C et 600°C. Dans le cadre des travaux réalisés pour ce mémoire, la gamme de températures se situe entre 350°C et 550°C, qui se trouve être la zone de transformation bainitique.

Tableau 4.6 : Paramètres des courbes d'autotrempabilités modélisées (1000°C)

Poudre	Paramètres			
	a	b	c	d
XP36SP2	1,032	1,174	$1,094 \times 10^{-5}$	$1,178 \times 10^{-3}$
MP51FM	1,005	1,032	$1,543 \times 10^{-4}$	$7,619 \times 10^{-3}$
MP59FM	$9,921 \times 10^{-1}$	1,089	$-1,997 \times 10^{-3}$	$-8,160 \times 10^{-2}$
MP52FM	1,010	2,607	$1,122 \times 10^{-1}$	$7,321 \times 10^{-1}$
MP58FM ₍₁₎	1,031	1,056	$3,388 \times 10^{-2}$	$8,329 \times 10^{-1}$
MP58FM ₍₂₎	$9,990 \times 10^{-1}$	1,196	$1,711 \times 10^{-2}$	$3,921 \times 10^{-1}$
MP58FM ₍₄₎	1,030	2,620	6,770	1,221

4.3.1 Influence du taux de refroidissement à température élevée

Des travaux récents (Julien 2001) semblent suggérer que la gamme de refroidissement à plus haute température, dans le domaine austénitique, aurait un effet sur l'autotrempabilité. Des travaux dans ce sens ont donc été réalisés. Des essais avec la MP52FM et la MP55HD ont été réalisés à différents taux de refroidissement dans la zone critique définie préalablement (550°C-350°C) et dans une zone à hautes températures (950°C-550°C). La figure 4.12 illustre les deux essais réalisés sur la MP52FM.

Le tableau 4.7 présente les résultats de ces essais avec un taux de refroidissement dans la zone à basse température, dans la zone à haute température et la dureté. D'après les résultats du tableau 4.7, contrairement aux travaux précédents, il ne semble pas y avoir de relation entre la vitesse de refroidissement à haute température et l'autotrempabilité. Lorsque le taux de refroidissement est fixe dans la zone à basse température, la dureté des échantillons reste sensiblement la même, si on tient compte des erreurs expérimentales. Ceci semble être en accord avec le fait que tant que la pièce reste dans le domaine austénitique

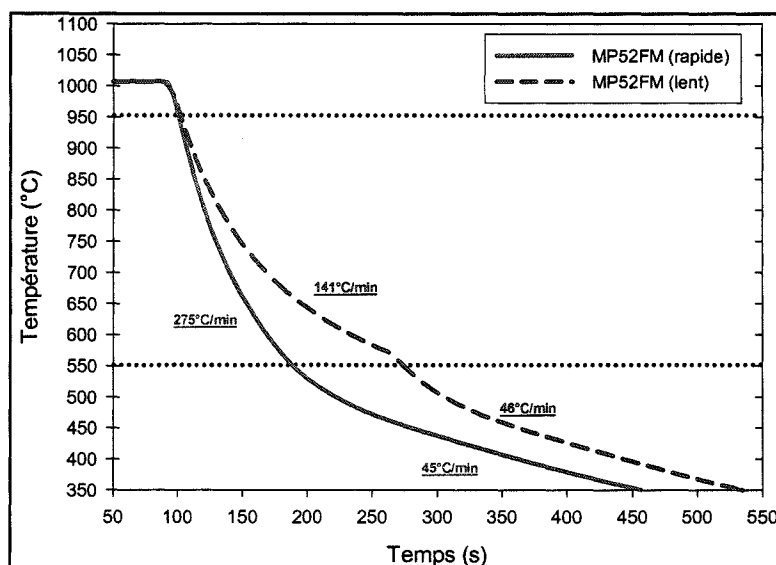


Figure 4.12 : Essais de refroidissement variable à haute température sur la MP52FM

Tableau 4.7 : Effet du taux de refroidissement variable à haute température

Poudre	Vitesse de refroidissement (°C/min) (950°C-550°C)	Vitesse de refroidissement (°C/min) (550°C-350°C)	Dureté (HRC)
MP52FM	141	46	29,3 ± 1,2
	275	45	30,2 ± 2,3
MP55HD	178	46	37,1 ± 1,4
	229	50	35,9 ± 1,7
	270	52	38,0 ± 2,3

à haute température, il n'y a pas d'influence du taux de refroidissement sur l'autotrempeabilité, à condition que la taille de grains ne croissent pas. Dans le domaine des poudres, le phénomène d'accroissement des grains austénitiques n'est pas aussi marqué que dans les aciers corroyés et ce pour plusieurs raisons. Tout d'abord, comme la taille des particules de poudres est relativement faible, généralement 60% à 80% des particules de poudres font moins de 100 μm , ceci constitue un obstacle efficace contre la croissance des grains austénitiques. Également, la présence de particules fines de deuxième phases qui consti-

tue un deuxième obstacle ralentissant la croissance des grains. Parmi cette dernière catégorie, on retrouve les oxydes dispersés dans la matrice, ainsi que les sulfures de manganèse présents dans les poudres de grade usinable ou encore les carbures et nitrures fins de molybdène, vanadium ou chrome dans la matrice.

4.3.2 Influence du profil de refroidissement sur l'autotrempabilité

Jusqu'à présent, quoique la majorité des pièces d'aciers autotrempantes fabriquées par métallurgie des poudres soient frittées à des températures avoisinant 1120°C (2050°F), la plupart des essais réalisés en laboratoire sur l'autotrempabilité d'échantillons de poudres sont effectués à des température d'austénitisation de l'ordre de 1000°C (1830°F). Pour les aciers corroyés la température utilisée se situe généralement entre 800°C et 900°C (1472°F et 1652°F). Plusieurs ouvrages de référence (Archer, Briggs et Loeb 1948), montrent l'influence de la température d'austénitisation sur des poudres principalement alliées au molybdène. Étant donné la puissance limitée des fours utilisés pour effectuer les essais d'autotrempabilité pouvant difficilement atteindre plus de 1000°C, des essais portant sur une température d'austénitisation inférieure à 1000°C ont été réalisés. La température d'austénitisation a été choisie de façon à avoir le plus grand écart entre cette température et 1000°C. De plus, l'ajout de molybdène peut avoir comme effet d'augmenter la température de formation de la bainite, la température choisie devait être supérieure à la température de formation de la bainite. La température choisie fut de 870°C (1600°F). Afin d'éviter le phénomène de croissance des grains austénitiques, plutôt que d'austénitiser les échantillons à 1000°C et à 870°C, il a été décidé d'effectuer l'austénitisation à 1000°C et d'effectuer un bref maintien à 870°C lors du refroidissement. La figure 4.13 suivante présente une série d'essais de refroidissement avec maintien à 870°C avec des échantillons de mélanges standard A1 (voir tableau 4.2) avec comme poudre de base de la MP58FM₍₁₎.

Le tableau 4.8 suivant présente les temps de maintien, les taux de refroidissement dans la zone critique, ainsi que la dureté des échantillons résultants des conditions d'essais de la

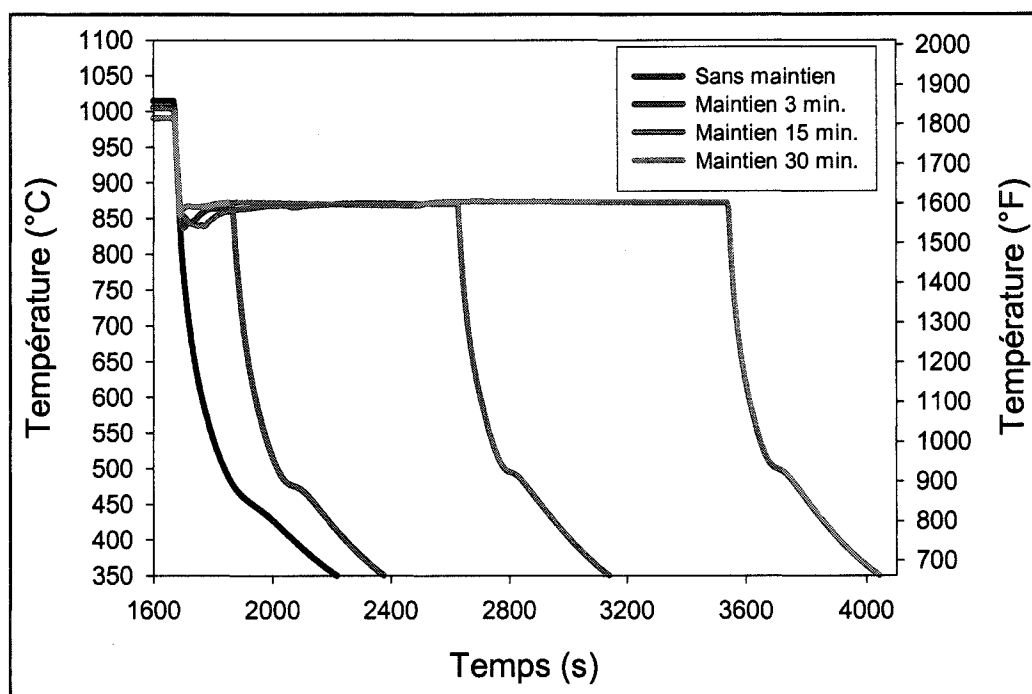


Figure 4.13 : Essais de maintien à 870°C lors du refroidissement d'échantillons de MP58FM₍₁₎

figure 4.13. À la lumière de ces résultats avec la MP58FM₍₁₎, il semblerait que l'effet d'un maintien à plus basse température diminuerait la trempabilité. L'expérience a été répétée avec 4 autres poudres soit: la MP59FM, la MP58FM₍₄₎, la MP52 et la MP55HD. Le tableau 4.8 présente les résultats de ces essais incluant ceux de la MP58FM₍₁₎.

Afin d'écarter l'hypothèse que la diminution d'autotrempabilité provienne du vanadium, des essais avec la MP59FM montrent que le phénomène est présent même si la poudre ne contient pas de vanadium. Des essais avec la MP52FM montrent que cette poudre n'est pas susceptible au phénomène de diminution d'autotrempabilité. Ces derniers résultats suggèrent que l'effet ne peut provenir que du molybdène lorsque la quantité en solution solide est assez élevée. Des essais avec la MP55HD ont également été réalisés et les essais ne montrent pas d'effet de diminution d'autotrempabilité. Cependant, même si les taux utilisés avec la MP55HD sont relativement faibles, la quantité de nickel étant relati-

Tableau 4.8 : Résultats des essais de maintien avec la MP58FM

Poudre	Temps de maintien _(870°C) (min)	Taux de refroidissement _(550°C-350°C) (°C/min)	Dureté (HRC)
MP58FM ₍₁₎	0	28	21,1±5,7
	3	30	17,8±3,1
	15	29	13,4±2,6
	30	30	13,0±3,0
MP59FM	0	27	18,7±3,9
	15	27	13,4±1,9
MP58FM ₍₄₎	0	54	31,8±2,5
	15	52	30,7±2,0
MP52FM	0	46	28,7±1,5
	15	47	28,5±2,0
	0	27	17,0±2,6
	15	25	18,3±2,5
MP55HD	0	21	36,1±2,3
	3	18	36,0±2,8
	15	18	35,9±1,8

vement élevée, il est possible que cette poudre soit beaucoup trop trempante pour permettre de tirer des conclusions sur cette poudre. Une dernière série d'essais a été réalisée sur la MP58FM₍₄₎, mais avec des vitesses de refroidissement plus élevées ($\approx 50^\circ\text{C}/\text{min}$). Ces résultats montrent que le maintien n'a aucun effet sur l'autotrempabilité à une plus grande vitesse de refroidissement. À partir de tous ces résultats, on pourrait émettre l'hypothèse qu'une température d'austénitisation plus basse utilisée pour des essais d'autotrempabilité d'échantillons principalement alliés au molybdène augmente la cinétique de formation de la bainite. Pour des vitesses de refroidissement relativement rapides où la microstructure est majoritairement martensitique, l'effet est moins marqué. D'ailleurs, une obser-

vation plus approfondie des profils de refroidissement semble supporter cette hypothèse. La figure 4.14 présente les détails des profils de refroidissement dans la zone critique de transformation des essais avec maintien pour la MP58FM₍₁₎.

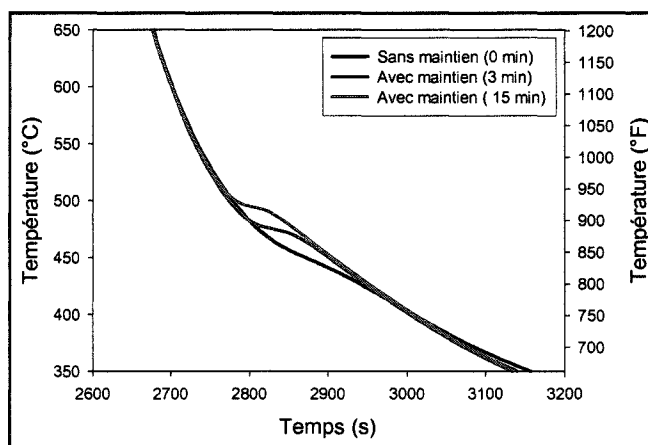


Figure 4.14 : Détails des profils de refroidissement après maintien d'échantillons de MP58FM₍₁₎

Dans cette figure, le taux de refroidissement est fixe, soit $\approx 29^{\circ}\text{C}/\text{min}$ pour les trois essais. Cependant, il est intéressant de noter la présence de recalescence sur ces courbes. En effet, l'essai réalisé sans maintien, ne présente aucune recalescence, tandis qu'au fur et à mesure que le temps de maintien augmente, la recalescence devient plus apparente. La recalescence est présente lorsqu'il y a transformation massive de l'austénite et qu'il y a production d'une quantité importante de chaleur, qui se traduit par un ralentissement du refroidissement. La présence de ce phénomène indique clairement que lorsque l'on maintient un échantillon, contenant une teneur relativement élevée de molybdène, à plus basse température (tout en étant dans le domaine austénitique), l'autotrempeabilité de celui-ci diminue. La trempabilité diminue par une transformation plus importante en une structure bainitique plutôt que martensitique. Ce phénomène peut être intéressant pour des applications où une structure bainitique est désirée.

Étant donné l'effet marqué d'une température d'austénitisation plus basse sur l'autotrem-pabilité, il a été décidé d'effectuer de nouveaux essais sur les poudres alliées au molyb-dène. Le montage expérimental a donc été modifié pour atteindre des températures plus élevées et des essais à plus hautes températures ont été réalisés.

4.4 Effets de la température de frittage

Les modifications du montage expérimental ont permis d'utiliser des températures d'aus-ténitisation avoisinant les températures de frittage usuelles soit 1120°C. Comme les résul-tats de la section précédente suggèrent que ce sont les poudres principalement alliées au molybdène qui sont susceptibles à la température d'austénitisation, les poudres choisies pour réaliser ces expériences furent la XP36SP2, la MP51FM, la MP58FM₍₄₎ et comme poudre de référence, la MP52FM.

4.4.1 Autotrem-pabilité des poudres au molybdène à haute température

Des échantillons ont été pressés avec des mélanges de XP36SP2, de MP51FM, de MP58FM₍₄₎ et de MP52FM, qui ont été austénitisés à 1120°C et autotrem-pés à différents taux de refroidissement dans le but de tracer un diagramme d'autotrem-pabilité et de com-parer avec les courbes réalisées à 1000°C. La figure 4.15 présente les diagrammes d'auto-trem-pabilité d'échantillons composés de 4 poudres et austénitisés à 1000°C et 1120°C.

Les résultats de la figure 4.15 montrent clairement que la température d'austénitisation a un effet majeur sur l'autotrem-pabilité des poudres alliées au molybdène. Les gains d'autotrem-pabilité sont très appréciables pour la XP36SP2 et la MP51FM, tandis que pour la MP58FM₍₄₎, l'effet est beaucoup moins marqué. En ce qui concerne la MP52FM on observe une légère baisse de l'autotrem-pabilité pour des taux de refroidissement inférieurs à 60°C/min. Ces résultats démontrent l'importance de la température d'austénitisation pour les poudres alliées au molybdène. Dorénavant, les courbes d'autotrem-pabilité

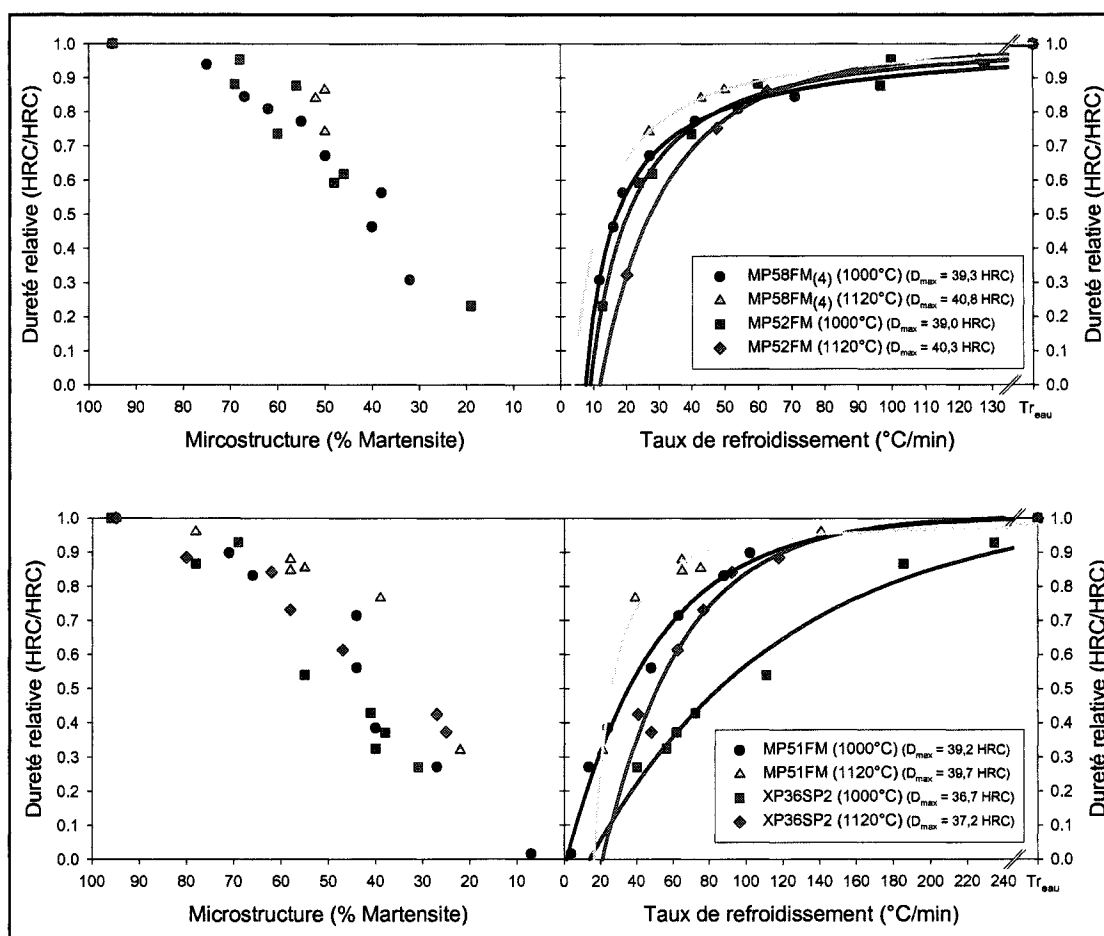


Figure 4.15 : Effet de la température d'austénitisation sur l'autotrempabilité

devraient être élaborées à une température d'austénitisation semblable à celle utilisée pour le frittage des pièces (typiquement 1120°C), au moins pour les poudres contenant des teneurs relativement élevées en Mo.

4.4.2 Modélisation des courbes d'autotrempabilité (1120°C)

Il est possible également de modéliser les différentes courbes de la figure 4.15 par une relation mathématique hyperbolique (équation 4.1). Les différents paramètres de l'équation ont été obtenus à l'aide de courbe de régression hyperbolique. Le tableau 4.9 présente les paramètres des différentes régressions réalisées pour les courbes d'autotrempabilité à haute température. La limite inférieure recommandée pour l'utilisation de ces courbes est

Tableau 4.9 : Paramètres des courbes d'autotrempabilités modélisées (1000°C et 1120°C)

Poudre	Paramètres			
	a	b	c	d
XP36SP2 (1000°C)	1,032	1,174	$1,094 \times 10^{-5}$	$1,178 \times 10^{-3}$
XP36SP2 (1120°C)	1,007	1,622	$3,312 \times 10^{-5}$	$1,461 \times 10^{-3}$
MP51FM (1000°C)	1,005	1,032	$1,543 \times 10^{-4}$	$7,619 \times 10^{-3}$
MP51FM (1120°C)	$9,889 \times 10^{-1}$	432,4	3,109	$6,485 \times 10^{-1}$
MP52FM (1000°C)	1,010	2,607	$1,122 \times 10^{-1}$	$7,321 \times 10^{-1}$
MP52FM (1120°C)	$9,978 \times 10^{-1}$	1,918	$1,757 \times 10^{-2}$	$2,911 \times 10^{-1}$
MP58FM ₍₄₎ (1000°C)	1,030	2,620	6,770	1,221
MP58FM ₍₄₎ (1120°C)	1,010	1,570	$1,211 \times 10^{-1}$	$8,205 \times 10^{-1}$

de 20°C/min. La limite recommandée est légèrement supérieure pour les courbes modélisées à 1120°C que pour les courbes modélisées à 1000°C. La raison de l'augmentation de la limite inférieure recommandée est due au fait que le montage permet plus difficilement l'obtention de refroidissements à bas taux de refroidissement et que l'erreur est plus élevée pour ces gammes de refroidissement.

4.4.3 Performances normalisées des poudres autotrempantes

Étant donné l'effet important de la température d'austénitisation sur l'autotrempabilité, il est essentiel de réviser la performance des poudres. Par ailleurs, à la figure 4.11, la compressibilité indiquée est celle des poudres avec la granulométrie propre à la sortie de production de ces lots. Afin de mieux comparer les poudres, la compressibilité de chacune des poudres a été évaluée avec une granulométrie semblable. La technique de reconstruction granulométrique a été utilisée pour obtenir une granulométrie commune pour toutes les poudres. La granulométrie choisie est semblable à celle de la 1000B, qui est une pou-

dre commerciale réputée pour sa compressibilité élevée. La granulométrie de la poudre 1000B et celle choisie pour la reconstruction granulométrique nommée 1000B* sont données au tableau 4.10.

Tableau 4.10 : Granulométrie 1000B et 1000B*

Tamis (mesh)	Taille des particules (μm)	1000B	1000B*
+60	+250	0,0	0,0
+80	+180	4,6	5,0
+100	+150	9,8	10,0
+140	+106	24,1	24,0
+200	+75	22,4	22,0
+325	+45	22,4	22,0
-325	-45	16,7	17,0

La figure 4.16 présente les performances normalisées des poudres autotrempantes. Le taux critique pour obtenir 50% de martensite est présenté, ainsi que la compressibilité à 30tsi (414MPa) et à 40tsi (552MPa). La poudre de référence étant encore la MP52FM, c'est à partir de celle-ci que les performances des poudres expérimentales ont été évaluées. La courbe de compressibilité à partir de laquelle les performances ont été évaluées est celle pressée à 40tsi (552MPa). Cette courbe a été choisie, puisque c'est à cette pression que les valeurs de compressibilités sont les plus proches des densités utilisées dans les pièces industrielles, soit $6,8\text{g/cm}^3$.

Au niveau de la compressibilité à 40tsi (552MPa), les poudres MP59FM, MP51FM, XP36SP2 et MP58FM₍₁₎ sont encore celles qui présentent les plus hautes densités avoisinant celle de la MP52FM. En ce qui concerne l'autotrempabilité, la XP36SP2, quoique relativement plus trempante avec une austénitisation à 1120°C , présente un taux critique

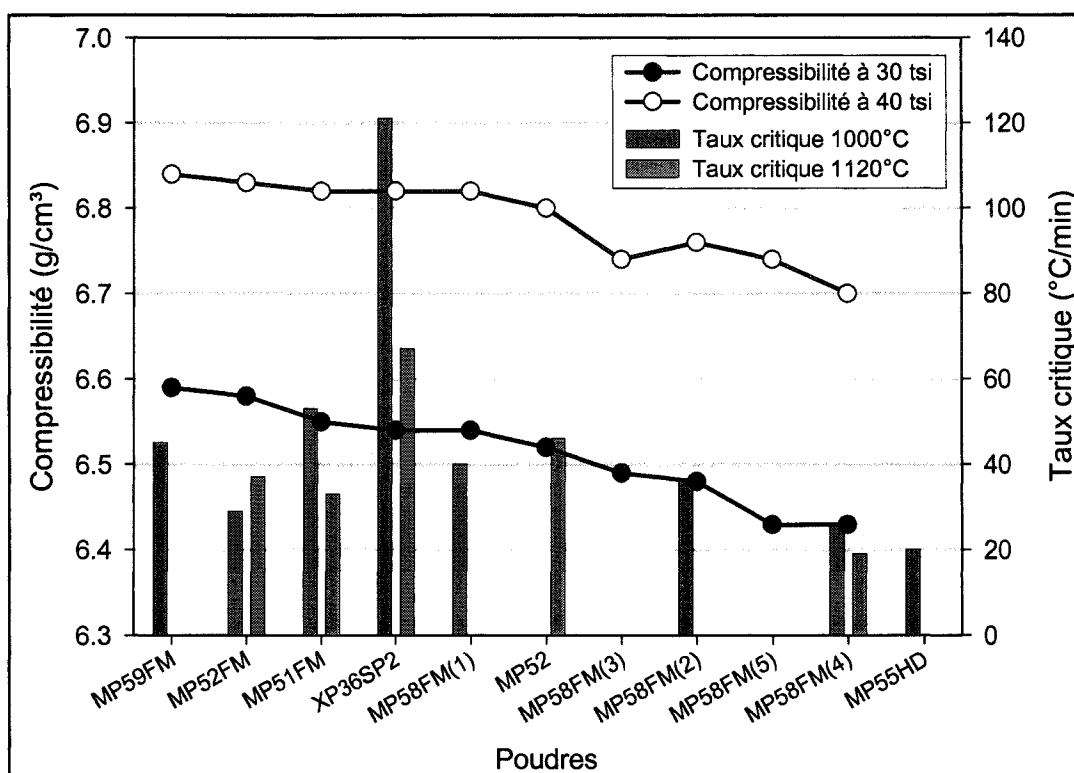


Figure 4.16 : Performances normalisées de l'autotrempabilité et de la compressibilité

plus élevé. La MP51FM présente un taux critique légèrement plus faible (à 1120°C) que celui de la MP52FM, ce qui en fait une très bonne poudre autotrempante à compressibilité améliorée. La MP58FM₍₁₎ et la MP59FM présentent une très bonne compressibilité, cependant comme ces poudres sont principalement alliées au molybdène et que leur autotrempabilité n'a pas été évaluée avec une austénitisation à 1120°C il est difficile de juger de la performance de ces deux poudres. Cependant, s'il est possible d'améliorer l'autotrempabilité de la MP58FM₍₄₎, il serait raisonnable de croire que la MP59FM et la MP58FM₍₁₎ présentent un taux critique plus faible austénitisées à 1120°C. La MP59FM serait la meilleure poudre autotrempante à compressibilité améliorée, cependant, comme les résultats sont limités pour celle-ci, la MP51FM est la plus performante compte tenu des résultats obtenus.

4.5 Comparaison avec les résultats industriels

Depuis plusieurs années, la compagnie Domfer en collaboration avec des partenaires industriels, fabricants de pièces, effectue des essais d'autotrempabilité dans des fours industriels. Des séries de rondelles de trempabilité sont envoyées à ces partenaires industriels pour être frittées dans les fours de production. Ces résultats sont très précieux lorsque jumelés aux résultats expérimentaux réalisés en laboratoire. Ces résultats permettent de comparer les résultats en laboratoire et de vérifier l'exactitude des résultats expérimentaux. Quoique près d'une centaine d'ensembles aient été frittés dans des fours industriels, seuls une vingtaine seront utilisés pour comparer les résultats réalisés dans le cadre de ce mémoire, car seuls les derniers ensembles contiennent la majorité des poudres expérimentales (MP51FM, MP58FM, etc.) La figure 4.17 présente la dureté de chacun des échantillons de 26 ensembles de rondelles de trempabilité frittés à des températures de l'ordre de 1120°C. Les 26 ensembles de rondelles ont été frittés dans des conditions ou des fours différents.

Tout d'abord, la MP55HD et la MP56HD sont les poudres les plus autotrempantes, car ce sont les poudres les plus alliées, principalement avec du nickel, et qui ont les duretés apparentes les plus grandes parmi les résultats expérimentaux. La poudre MP52/MP55HD est un mélange 50% de MP52 et 50% de MP55HD. Ce mélange est celui qui suit la MP55HD au niveau de l'autotrempabilité, mais aucun essai en laboratoire n'a été réalisé avec des mélanges de différentes poudres de base. Ce dernier mélange est suivi de la MP58FM₍₂₎, qui se classe à mi-chemin entre la MP55HD et MP56HD et les autres poudres. Ceci permet d'estimer l'efficacité du vanadium sur l'autotrempabilité qui semble très important, puisque les résultats en laboratoire montrent que l'effet durcissant du vanadium ne semble pas provenir principalement de la présence de carbures ou de nitrures. Les résultats industriels corroborent bien les résultats en laboratoire. En ce qui concerne les autres poudres, soit la MP51FM, la MP59FM, la MP52 et la MP52FM, les résultats des ensembles montrent une autotrempabilité relativement semblable. L'ensemble des résultats industriels

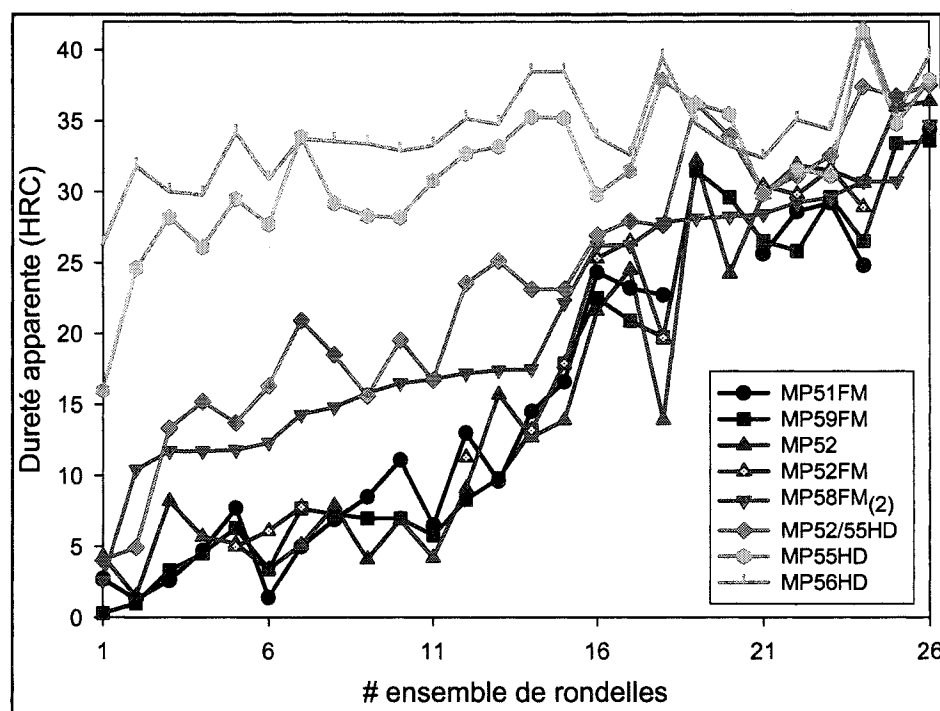


Figure 4.17 : Résultats d'ensembles de trempabilité frittés dans des fours industriels confirment bien la majorité des résultats en laboratoire. Il est intéressant de comparer à la figure 4.17 la MP52FM et la MP52. En effet, la MP52FM a été utilisée comme poudre de référence dans la plupart des essais de trempabilité de ce mémoire, car la plupart des poudres étudiées sont des poudres de grades usinables indiquées par les lettres «FM» (free machining). La MP52 aurait été un meilleur choix à priori, car c'est une poudre standard qui a été étudiée dans plusieurs travaux et dont beaucoup de résultats sont disponibles. Les résultats industriels montrent que l'autotrempabilité de la MP52 et la MP52FM sont très semblables, quoique la MP52FM montrent des résultats légèrement meilleurs. C'est également ce que les travaux en laboratoire, (figure 4.16), montrent, c'est-à-dire un taux critique légèrement inférieur pour la MP52FM. Le choix de la MP52FM comme poudre de référence fut donc un excellent choix pour les essais de trempabilité.

4.6 Conclusion

Les résultats de cette étude ont permis d'étudier plusieurs paramètres sur l'autotrempabilité. En premier lieu, l'effet de certains éléments d'alliages, dont le vanadium, le molybdène et le nickel, a été étudié sur l'autotrempabilité. Le vanadium, même à quantité faible tel que 0,24%, améliore l'autotrempabilité. Cependant, le principal problème du vanadium demeure la facilité à laquelle il s'oxyde. La majorité du vanadium allié se retrouve sous forme d'oxyde. Pour une poudre alliée à 0,55% V, seulement 0,15% au maximum se retrouve à l'état de solution solide et participe donc à l'amélioration de l'autotrempabilité.

Le molybdène est l'élément principal sur lequel les travaux d'autotrempabilité ont été réalisés. Tout d'abord, la température d'austénitisation des poudres principalement alliées au molybdène a un effet très important sur l'autotrempabilité. En effet, des travaux ont montré que plus la température d'austénitisation est élevée, plus l'autotrempabilité est élevée. La première consigne de cet effet, est que dorénavant les essais d'autotrempabilité devraient être réalisés à des températures avoisinant celles utilisées lors du frittage de pièces (1120°C). Ceci est particulièrement important lorsque les poudres sont principalement alliées au molybdène. Les résultats ont également montré que des poudres contenant principalement du molybdène présentent généralement une très bonne compressibilité. Ils présentent une bonne compressibilité premièrement parce que l'effet du durcissement par solution solide du molybdène est faible, mais également parce que les poudres produites avec du molybdène présentent peu d'oxygène. Les oxydes sont très néfastes sur la compressibilité (Plamondon 2001). Également, les poudres au molybdène améliorent l'autotrempabilité des poudres principalement en déplaçant le domaine de transformation perlitique vers des temps plus longs. La formation de perlite est beaucoup retardée, mais la formation de martensite n'est que légèrement favorisée.

Des études ont porté sur l'effet des taux de refroidissement à hautes températures, car certains phénomènes avaient déjà été observés dans des travaux antérieurs (Julien 2001).

Les travaux réalisés par Julien (2001) montraient que la vitesse de refroidissement à haute température (domaine austénitique) avait une influence sur l'autotrempabilité. Cependant, les travaux réalisés dans ce mémoire ne semblent montrer aucun lien entre le taux de refroidissement à haute température et l'autotrempabilité. Toutefois, il pourrait être possible d'observer ce phénomène sur des poudres alliées au molybdène. Des études supplémentaires sont suggérées sur les taux de refroidissement variables à haute température de poudres au molybdène.

De toutes les poudres expérimentales étudiées, la MP59FM et la MP51FM sont celles qui montrent les propriétés les plus intéressantes. Ces poudres sont relativement compressibles et peu susceptibles à l'oxydation. Leur autotrempabilité, lorsqu'austénitisée à des températures près des températures de frittage usuelles, est relativement bonne. Des essais d'austénitisation de la MP59FM à des températures supérieures à 1120°C seraient très intéressants, car l'autotrempabilité pourrait s'en trouver améliorée.

CHAPITRE 5 : COMPRESSIBILITÉ

5.1 Introduction

La compressibilité est une des caractéristiques très importantes des poudres autotrempan-tes. La faible compressibilité provient principalement de la présence des éléments d'allia-ges. Les éléments d'alliages, par plusieurs facteurs, augmentent la dureté des particules, qui résulte en une diminution de la compressibilité. Tout d'abord il peut y avoir durcisse-ment par solution solide due à la présence des éléments d'alliages (Mo, Ni, V, Cu). Égale-ment, comme certains éléments d'alliages sont facilement oxydables (V), il peut y avoir une présence accrue d'oxydes qui augmentent la dureté des particules de poudres. De plus, il est possible que certains éléments d'alliages (Mo, V) forment des précipités fins tels carbures et nitrures qui augmentent la dureté des particules. Dans ce chapitre, diffé-rents traitements pour améliorer la compressibilité ont été étudiés pour évaluer leurs effets sur la dureté des poudres. La diminution du taux de carbone et du taux d'oxygène a un effet bénéfique sur la dureté des particules et la compressibilité (Plamondon 2001). Comme les quantités de poudres utilisées pour la plupart des traitements étudiés est faible et qu'il est impossible d'évaluer la compressibilité pour ces poudres, la microdureté des particules a été utilisée pour évaluer l'effet des traitements sur la compressibilité. Plus les particules de poudres sont dures, plus la compressibilité est faible (German 1997). Des échantillons de poudres ont été réalisés avec de la résine époxy pour permettre l'évalua-tion de la microdureté. Seuls les résultats présentant de belles empreintes de microdureté et de taille relativement plus faible que les particules ont été considérées. Le tableau 5.1 présente les différentes poudres étudiées, incluant la composition chimique.

Tableau 5.1 : Composition des poudres étudiées pour l'amélioration de la compressibilité

Poudre	#lot	%Mo	%Ni	%V	%C	%O
MP35SP4	19301	0,00	0,00	0,00	0,0020	0,2800
MP35	24336	0,00	0,00	0,00	0,0044	0,3243
XP36SP2	23638	0,85	0,00	0,00	0,0071	0,2400
MP51FM	22227	1,31	0,00	0,00	0,0053	0,2504
MP52FM	22772	0,74	0,45	0,00	0,0033	0,2771
MP59FM	19661	1,24	0,4	0,00	0,0040	0,2200
MP58FM ₍₁₎	16918	1,32	0,41	0,18	0,0060	0,3700
MP58FM ₍₂₎	22256	1,28	0,51	0,24	0,0110	0,2900
MP58FM ₍₃₎	22797	1,26	0,42	0,55	0,0080	0,4800
MP58FM ₍₄₎	23354	1,21	0,51	0,55	0,0260	0,3900
MP58FM ₍₅₎	23468	1,25	0,53	0,55	0,0099	0,4044

5.2 Traitements thermiques de réduction

Les premiers résultats étudiés sont les traitements de réduction. L'objectif était de réduire les oxydes. Trois traitements ont été étudiés, soit : la réduction sous vide, sous hydrogène et sous ammoniac dissocié. Les différentes poudres étudiées ainsi que les traitements sont présentés au tableau 5.2.

5.2.1 Réduction sous vide

Quatre mélanges ont été réduits sous vide : le 35SP4-SV, le 35-SV, le 58-3-SV et le 58-5-SV. Les mélanges 35SP4-SV et 35-SV sont utilisés à titre de référence pour la méthode. Ces deux poudres sont des poudres présentant une bonne compressibilité. Les deux autres poudres (58-3-SV et 58-5-SV) sont les poudres qui contiennent les plus haut taux d'oxy-

Tableau 5.2 : Traitements étudiés pour chacune des poudres

Poudre de base	#lot	Mélanges	Traitement de réduction			Densité à cru 30 tsi (414 MPa) (g/cm ³)
			Sous vide (SV)	Sous H ₂ (H2)	Sous NH ₃ (NH3)	
MP35SP4	19301	35SP4-SV	X	-	-	6,74
MP35	24336	35-(SV-H2)	X	X	-	6,80
XP36SP2	23638	36-H2	-	X	-	6,68
MP51FM	22227	51-H2	-	X	-	6,67
MP52FM	22772	52-H2	-	X	-	6,65
MP59FM	19661	59-H2	-	X	-	6,69
MP58FM ₍₁₎	16918	58-1-H2	-	X	-	6,65
MP58FM ₍₂₎	22256	58-2-H2	-	X	-	6,59
MP58FM ₍₃₎	22797	58-3-(SV/H2/NH3)	X	X	X	6,57
MP58FM ₍₄₎	23354	58-4-H2	-	X	-	6,50
MP58FM ₍₅₎	23468	58-5-(SV/H2)	X	X	-	6,51

gène (0,48%O pour la MP58FM₍₃₎ et 0,40%O pour la MP58FM₍₅₎). Les traitements sous vide ont été réalisés chez Vac Aéro. Nous ne possédons pas les détails de ces traitements thermiques, mais la durée est d'approximativement 1h à des température avoisinant 1100°C, la pression est d'environ 1,3E-7 atmosphère et le point de rosée de l'hydrogène est de -90°C. Le tableau 5.3 et la figure 5.1 présentent les résultats des traitements sous vide pour les 4 mélanges testés.

À la figure 5.1, on peut voir le %C (a), le %O (b) et la dureté des particules (c) sans traitement et avec traitement sous vide. Les résultats les plus importants proviennent des microduretés réalisées. En effet, ce sont ces résultats qui permettent d'estimer la performance du traitement sur la compressibilité. On peut voir à la figure 5.1 c) que le traitement sous vide semble améliorer la compressibilité pour toutes les poudres testées. La dureté des particules des poudres de référence (35SP4-SV et 35-SV) diminuent de 29 HV

Tableau 5.3 : Résultats des essais avec traitement sous vide

Mélange	Sans traitement			Traitement sous vide		
	%C	%O	Dureté (HV)	%C	%O	Dureté (HV)
35SP4-SV	0,013	0,29	133	0,0020	0,2800	104
35-SV	0,0044	0,3243	138	0,0020	0,3800	121
58-3-SV	0,0080	0,4800	164	0,0060	0,4100	148
58-5-SV	0,0099	0,4044	169	0,0020	0,4000	148

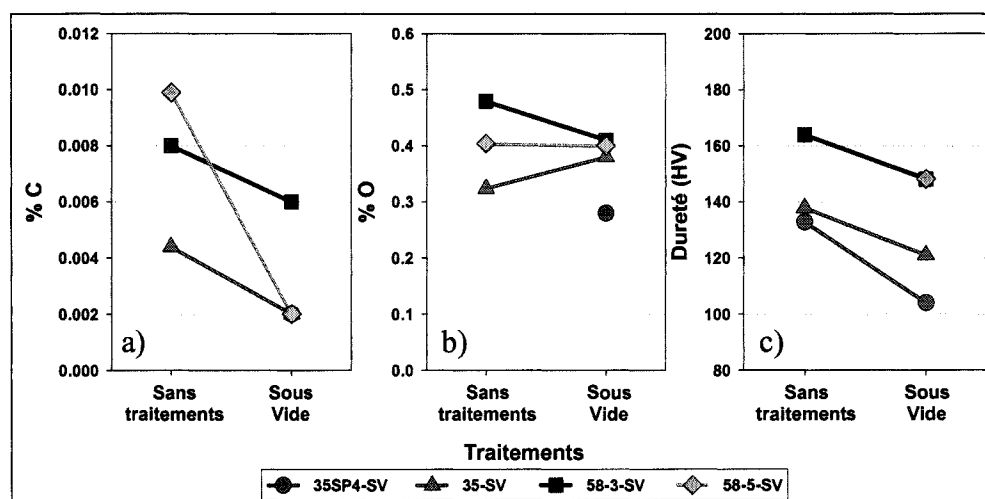


Figure 5.1 : Résultats des essais avec traitement sous vide

pour la 35SP4-SV (22% de réduction) et de 17 HV pour la 35-SV (12% de réduction). Pour les poudres 58-3-SV et 58-5-SV, les résultats sont semblables. Pour la 58-3-SV la diminution est de 16 HV, alors que pour la 58-5-SV la diminution est de 21 HV. La baisse de dureté des particules devrait provenir essentiellement de la réduction d'oxydes et de carbures. La baisse de dureté semble provenir majoritairement de la réduction du %C (figure 5.1 a)). En effet, pour ces poudres, il y a diminution du % C ($\Delta\%C$ variant de 0,002 à 0,0079), alors que pour les taux d'oxygènes, il y a des poudres qui présentent des diminutions (58-3-SV : 0,07) et d'autres qui présentent des augmentations (35-SV :

0,056). Le %C semble être le facteur déterminant dans ce traitement pour l'amélioration de la compressibilité.

5.2.2 Réduction avec gaz réducteur

Des essais ont été réalisés avec des gaz réducteurs (H_2 et NH_3) pour tenter de réduire les oxydes et carbures pour améliorer la compressibilité. Quatre traitements ont été utilisés (H_2 1heure, H_2 2h, NH_3 ½h et NH_3 , 1h) avec 10 poudres différentes. Des essais avec l'hydrogène ont été réalisés sur les 10 poudres, alors qu'une seule poudre (58-3- NH_3) a été étudiée avec l'ammoniac. Tous ces essais ont été réalisés en laboratoire chez Domfer à une température de $1120^\circ C$. Le tableau 5.4 et la figure 5.2 présentent les résultats des essais de réduction avec l'hydrogène.

5.2.2.1 Traitement de réduction sous hydrogène

Des essais ont été réalisés pendant 1h et 2h. Les essais d'une durée de 1h présentent des résultats étranges, puisque qu'il ne semble pas y avoir de continuité pour la dureté et pour le %C entre les résultats sans traitement et avec traitement de 2h sous hydrogène. Ces essais ne seront pas considérés dans l'analyse des résultats, même si ces résultats sont présentés dans le tableau 5.4 et la figure 5.2. À la figure 5.2 c) sont présentés les résultats de microdureté des différents essais sous hydrogène. Tous les mélanges présentent une baisse d'oxygène en fonction de la durée de traitement sous hydrogène. En ce qui concerne le taux de carbone, il y a plusieurs mélanges qui présentent une augmentation et quelques uns qui présentent une diminution. Le mélange le plus intéressant est le mélange 58-4- H_2 , car c'est le seul qui présente une baisse de dureté des particules (7 HV) et qui présente également une diminution de carbone ($\Delta\%C = 0,012$) et d'oxygène ($\Delta\%O = 0,17$). Les autres mélanges présentant une baisse de dureté sont le 58-2- H_2 ($\Delta HV = 7$) et le 58-3- H_2 ($\Delta HV = 5$). Les trois mélanges présentant une baisse de dureté sont des

Tableau 5.4 : Résultats des essais de réduction sous hydrogène

Mélange	Sans traitement			Hydrogène 1h			Hydrogène 2h		
	%C	%O	Dureté (HV)	%C	%O	Dureté (HV)	%C	%O	Dureté (HV)
35-H2	0,0044	0,3243	138	-	-	-	0,0365	0,1319	140
36-H2	0,0071	0,2400	155	-	-	-	0,0198	0,0727	154
51-H2	0,0053	0,2504	170	-	-	-	0,0389	0,1365	133
52-H2	0,0033	0,2771	170	-	-	-	0,0410	0,1143	133
59-H2	0,0040	0,2200	168	-	-	-	0,0287	0,0965	160
58-1-H2	0,0060	0,3700	148	0,0198	0,2177	166	0,0103	0,1922	164
58-2-H2	0,0110	0,2900	160	0,0207	0,1964	175	0,0451	0,1551	153
58-3-H2	0,0080	0,4800	164	0,0244	0,3287	167	0,0104	0,2622	159
58-4-H2	0,0260	0,3900	159	-	-	-	0,0143	0,2237	152
58-5-H2	0,0099	0,4044	169	0,0453	0,3016	173	0,0517	0,2395	179

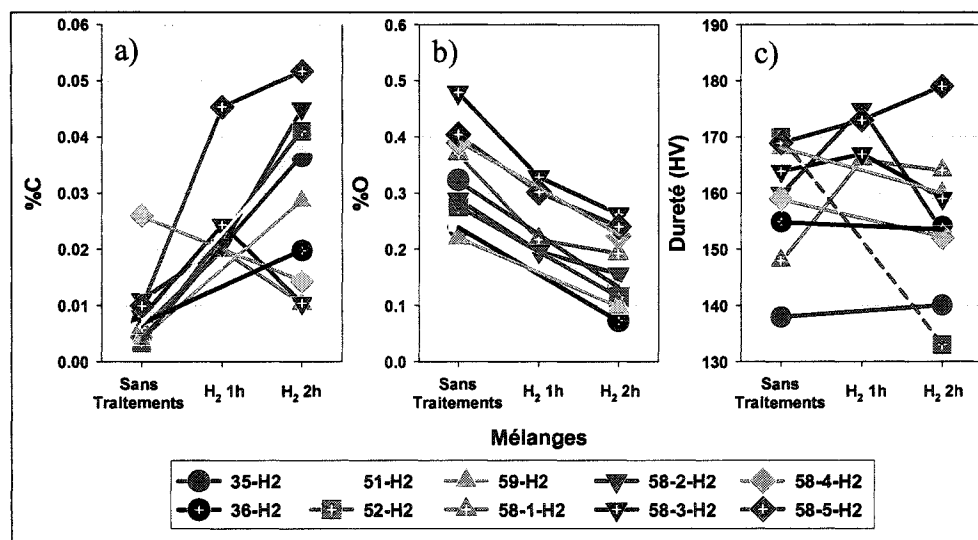


Figure 5.2 : Résultats des essais de réduction sous hydrogène

MP58FM avec plus de 0,24%V. Comme le vanadium est très oxydable et que ces oxydes sont présents en grande quantités dans ces poudres, une hypothèse serait qu'une partie de ces oxydes ont été réduits.

Un des effets qui est difficile à expliquer est l'augmentation du carbone dans les essais sous hydrogène. En effet, pour avoir une augmentation de carbone, il faut avoir une source de carbone disponible. Considérant que l'atmosphère ne contient pas vraiment de carbone et que le four de laboratoire est relativement étanche, il reste peu de source possible pour expliquer ce phénomène. Une des hypothèses plausible pour expliquer ce phénomène serait la présence de carbone sous forme de suie à l'intérieur de four de laboratoire. Comme le four de laboratoire est largement utilisé pour la production d'échantillons chez Domfer, il arrive fréquemment qu'une couche de suie se dépose à l'intérieur du tube d'inconel. Le four est nettoyé à l'occasion, mais il est fort possible que lors des essais, ce dépôt soit la cause de l'augmentation du carbone dans les poudres. Cet effet est particulièrement vrai pour les essais d'une durée de 1h qui présentent une augmentation significative des taux de carbone dans les analyses ($\Delta\%C$ variant de 0,01 à 0,035). Passons maintenant à l'analyse des résultats de réduction sous ammoniac.

5.2.2.2 Réduction sous ammoniac dissocié

Le tableau 5.5 et la figure 5.3 présentent les résultats des essais de réduction sous ammoniac dissocié de la poudre étudiée.

Tableau 5.5 : Résultats des essais de réduction sous ammoniac

Mélange	Sans traitement			NH ₃ ½h			NH ₃ 1h		
	%C	%O	Dureté (HV)	%C	%O	Dureté (HV)	%C	%O	Dureté (HV)
58-3-NH3	0,0080	0,4800	164	0,0050	0,3880	146	0,0097	0,3266	142

Une seule poudre (58-3-NH3) a subi des traitements de réduction sous ammoniac et c'est celle présentant le plus haut taux d'oxygène avant traitement (0,48%O). À la figure 5.3, on peut voir que les résultats sont sensiblement les mêmes que sous hydrogène. Les taux

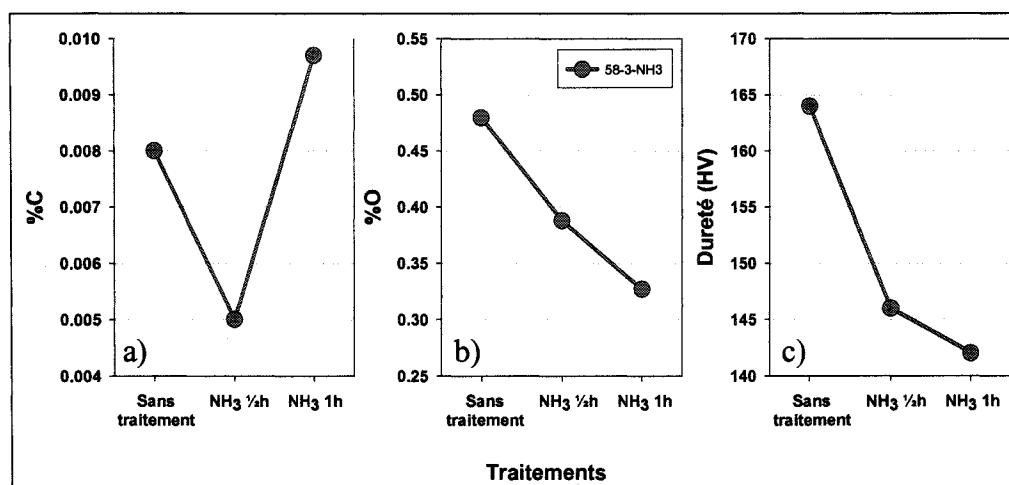


Figure 5.3 : Résultats des essais de réduction sous ammoniac

de carbone ne varient pas de façon relative en fonction de la durée du traitement sous ammoniac. L'explication est probablement la même que pour les essais sous hydrogène. Cependant, le %O diminue, ainsi que la dureté des particules en fonction de la durée de traitement sous NH₃. Pour une durée de traitement de 1h, le taux d'oxygène diminue de 0,16%O et la dureté diminue de 22 HV.

Contrairement à la réduction sous vide, nos résultats de réduction sous gaz montrent que c'est principalement le %O qui est réduit. Cependant, il y a eu quelques problèmes au niveau du %C. Certains essais montrent une augmentation de carbone, tandis que d'autres montrent une réduction. L'hypothèse la plus plausible est que l'augmentation du carbone provienne d'une source de contamination à l'intérieur du four. Ces essais devraient être réalisés à nouveau en s'assurant d'éviter le plus possible les sources de contamination. Ces résultats devraient assurer une bonne interprétation du %C en fonction du traitement sous gaz.

5.3 Traitements thermiques et précipitation des carbures

Dans la section 5.2, nous avons étudié certains traitements afin d'améliorer la compressibilité des poudres alliées en réduisant les particules dures tels oxydes et carbures. Dans cette section, nous allons étudier une méthode différente pour améliorer la compressibilité. Le principe de ces traitements est d'améliorer la compressibilité en favorisant la croissance des carbures plutôt qu'en les réduisant. La taille des précipités a une influence sur la mobilité des dislocations dans les métaux. La figure 5.4 présente schématiquement l'influence de la taille des précipités sur la limite d'élasticité (University of Liverpool). Cette figure montre les deux phénomènes intervenant sur la limite d'élasticité en fonction de la taille des précipités dans une matrice métallique.

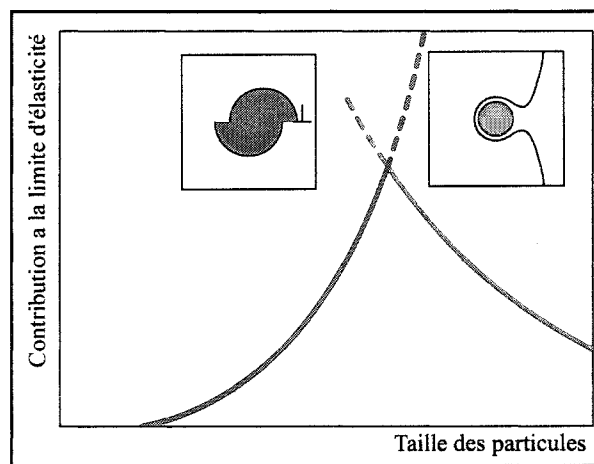


Figure 5.4 : Contribution à la limite élastique des métaux en fonction de la taille des précipités (University of Liverpool)

La courbe bleue définit la facilité avec laquelle les dislocations peuvent passer à travers les précipités en les cisillant. Plus la taille des précipités augmente, plus il devient difficile pour les dislocations de cisiller les précipités. La courbe verte définit la facilité avec laquelle les dislocations peuvent contourner les précipités en laissant une dislocation résiduelle autour du précipité. Plus le précipité est gros, plus la dislocation aura de la facilité à le contourner. Les traitements développés et étudiés dans cette section visent à maximiser la contribution à la limite élastique.

ser le phénomène de contournement en favorisant la production de gros précipités. Les traitements sont divisés en deux parties soit : l'optimisation de la composition chimique et l'optimisation du traitement thermique de précipitation des carbures. Les différents mélanges élaborés sont présentés au tableau 5.6. Il y a 15 mélanges différents énoncés dans ce tableau, qui sont tous basés sur la MP58FM. La MP58FM contient une teneur élevée en molybdène (1,3%) et contient du vanadium (0,16% et 0,55%). Les deux poudres de base choisies sont la MP58FM₍₁₎ (0,16%V) et la MP58FM₍₄₎ (0,55%V).

5.3.1 Optimisation de la composition chimique

Afin de favoriser la précipitation de carbures, différentes quantités de graphite ont été ajoutées aux poudres de base. Le principal but de l'ajout de différentes quantités de graphite est d'obtenir la quantité idéale de carbone pour permettre de précipiter le plus de carbures de vanadium et de molybdène possible. Les carbures de molybdène et de vanadium peuvent présenter plusieurs stoechiométries et les quantités de graphite ont été déterminées en tenant compte d'avoir suffisamment de carbone disponible. Pour la MP58FM₍₁₎, l'ajout de graphite va jusqu'à 0,30%Gr et pour la MP58FM₍₄₎ l'ajout va jusqu'à 0,80%Gr. Ces différents mélanges ont été portés à haute température (1120°C / 2050°F) dans le four de laboratoire chez Domfer (atmosphère NH₃ dissocié) pendant une durée de ½h pour permettre la diffusion du carbone dans la poudre de base. Par la suite différents traitements thermiques ont été étudiés et sont traités dans la section suivante.

Bien que la précipitation des carbures soit l'objectif principal, il est évident qu'il y a simultanément réduction des oxydes lors de la diffusion du graphite dans le four de laboratoire. Cependant, comme le but ultime est l'amélioration de la compressibilité des poudres alliées, la réduction des oxydes ne peut être que bénéfique.

Tableau 5.6 : Mélanges étudiés pour la précipitation des carbures

Mélange	Poudre de base	% Graphite ajouté
58-1-00	MP58FM ₍₁₎	0,00
58-1-10		0,10
58-1-15		0,15
58-1-20		0,20
58-1-23		0,23
58-1-25		0,25
58-1-27		0,27
58-1-30		0,30
58-1-37*		0,37
58-4-00	MP58FM ₍₄₎	0,00
58-4-40		0,40
58-4-50		0,50
58-4-60		0,60
58-4-70		0,70
58-4-80		0,80
*Ce mélange est le même mélange que le 58-1-27, mais auquel 0,10%Graphite supplémentaire a été ajouté et qui a été traité une seconde fois dans le four de laboratoire.		

Le tableau 5.7 donne les taux d'oxygène et de carbone des différents mélanges, ainsi que la microdureté de la poudre de certains mélanges après diffusion du graphite. La figure 5.5 présente les résultats du tableau 5.7.

Les résultats de la microdureté, du %C et du %O des mélanges 58-1-00 et 58-4-00 se trouvent être ceux des mélanges avant diffusion du graphite, puisqu'aucun ajout de graphite n'a été effectué pour ces mélanges.

Tableau 5.7 : Microdureté, %C et %O des différents mélanges après diffusion du graphite.

Mélange	%C	%O	Dureté (HV)
58-1-00	0,0060	0,3700	148 ± 17
58-1-10	0,0330	0,2691	n/d
58-1-15	0,0489	0,2419	n/d
58-1-20	0,0699	0,2368	n/d
58-1-23	0,1345	0,1758	n/d
58-1-25	0,1050	0,1930	n/d
58-1-27	0,0700	n/d	n/d
58-1-30	0,1300	0,1925	n/d
58-1-37	0,1370	0,1550	n/d
58-4-00	0,0260	0,3900	159 ± 11
58-4-40	0,0727	0,3437	162 ± 14
58-4-50	0,0591	0,3215	163 ± 12
58-4-60	0,0489	0,2926	171 ± 11
58-4-70	0,0546	0,2759	161 ± 16
58-4-80	0,0619	0,2801	175 ± 17

Tout d'abord, l'effet de la réduction des oxydes par l'ajout du graphite est clairement visible à la figure 5.5 b) et e). Dans les deux cas, le %O diminue proportionnellement à la quantité de graphite ajoutée. Pour la $MP58FM_{(1)}$, le taux d'oxygène passe de 0,37 à 0,15 dans le meilleur des cas et pour la $MP58FM_{(4)}$ il passe de 0,39 à 0,28. Le %O de la $MP58FM_{(4)}$ diminue moins que la $MP58FM_{(1)}$, car la concentration en vanadium est plus élevée pour la $MP58FM_{(4)}$ et qu'elle contient donc plus d'oxydes de vanadium, qui sont très stables. Au niveau du carbone, il est possible de remarquer que même si le % de graphite ajouté à la $MP58FM_{(4)}$ est presque le double que celui de la $MP58FM_{(1)}$, le %C ana-

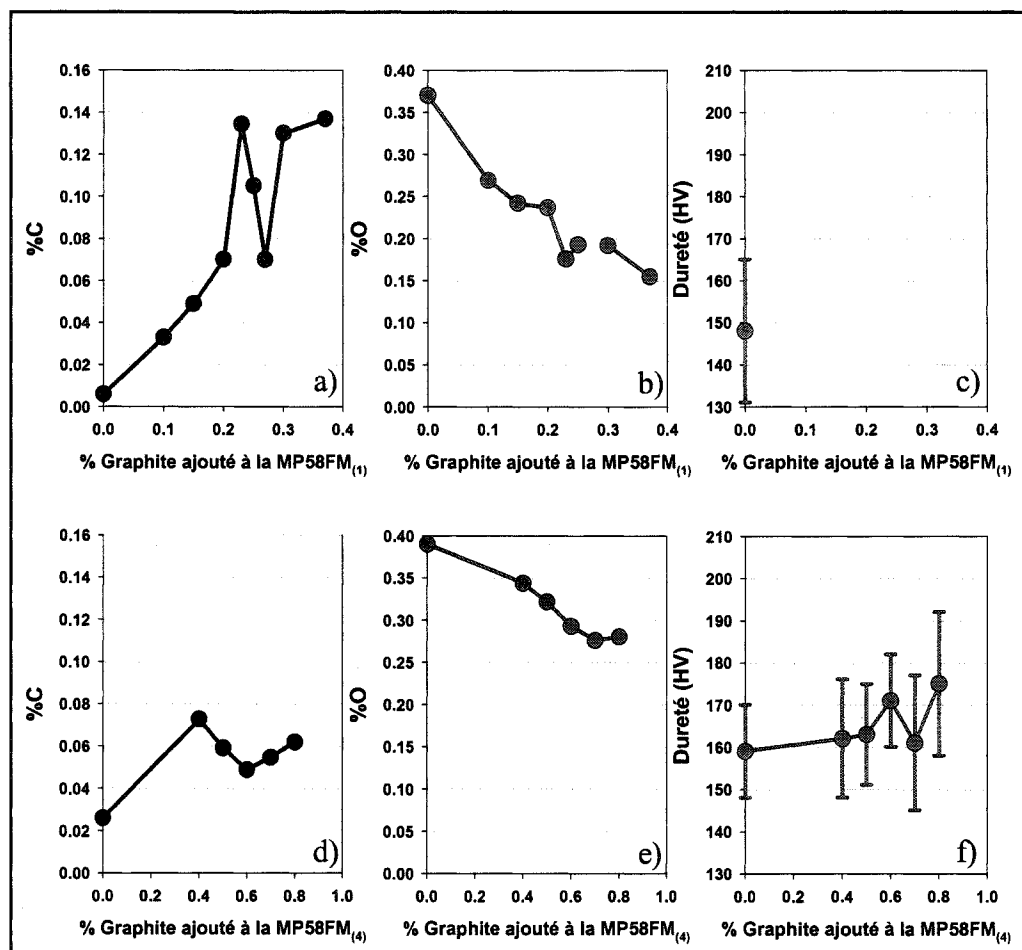


Figure 5.5 : Microdureté, %C et %O des différents mélanges après diffusion du graphite.

lysé dans la poudre est presque deux fois plus faible. Cet effet pourrait être causé par une erreur d'analyse. En effet, les appareils utilisés pour déterminer le %C (LECO CS-344) utilisent une méthode d'analyse par combustion. Ce type d'appareil de mesure porte l'échantillon à haute température pour analyser les gaz composés entre autres du carbone de l'échantillon analysé. Quoique ce type d'appareil puisse être utilisé pour l'analyse de plusieurs type d'échantillons contenant du carbone, l'appareil utilisé est calibré pour analyser des échantillons d'acier au carbone. La MP58FM₍₄₎ contient plus de vanadium que la MP58FM₍₁₎. Le vanadium réagit avec la carbone de l'échantillon pour former des carbures très stables (VC, V₂C, ...). Étant donné que la MP58FM₍₄₎ contient plus de vana-

dium que la $\text{MP58FM}_{(1)}$, il est fort probable qu'elle contiennent également plus de carbures de vanadium. La température de fusion de ce type de carbure est beaucoup plus élevé (2700-2800°C) que les carbures analysés (Fe_3C , 1200-1300°C) généralement dans les autres échantillons de poudres. Il est donc possible que l'appareil ne détecte qu'une partie des carbures stables (VC , V_2C) présents dans les échantillons et de ce fait, les valeurs obtenues sous-estimeraient les valeurs de carbone réelles présents sous forme de carbures.

Avec l'ajout du graphite, on remarque également une augmentation du carbone dans la poudre. Cependant, il est intéressant de remarquer qu'avec l'augmentation d'ajout du graphite, la teneur en %C n'est pas constante. En effet, on remarque un premier maximum dans le %C (0,13%C pour la $\text{MP58FM}_{(1)}$ et 0,07%C pour la $\text{MP58FM}_{(4)}$), qui est ensuite suivi par un minimum (0,07%C et 0,05 pour les deux poudres respectivement) pour ensuite augmenter. Cet effet pourrait également être dû à une erreur de mesure à cause de la formation de carbures de vanadium. Une des méthodes envisageable pour déterminer la présence de carbures de vanadium est l'observation des échantillons en microscopie en transmission. La microscopie en transmission permettrait de déterminer l'augmentation du nombre et de la tailles des différents carbures présents en fonction de la quantité de graphite ajoutée. Avec l'observation de la microdureté (figure 5.5 c) et f) il est difficile de tirer des conclusions. À la figure 5.5 f), on remarque une légère augmentation de la microdureté des particules, mais les erreurs expérimentales sont trop importantes pour nous permettre de conclure. Des traitements thermiques ont donc été élaborés pour déterminer si il était possible d'améliorer la compressibilité de ces mélanges en favorisant la croissance de précipités.

5.3.2 Optimisation des traitements thermiques

La prochaine étape est l'optimisation des traitements thermiques pour favoriser la précipitation et la croissance des carbures de vanadium. Les 15 mélanges de la section 5.3.1 ont

été élaborés principalement pour étudier la précipitation et la croissance des carbures. Quelques essais de traitements ont été réalisés et étudiés, mais les résultats sont trop peu nombreux pour être relatés dans ce mémoire. Cependant, il est possible d'identifier les points importants à favoriser pour obtenir la précipitation et une bonne croissance de ces précipités. Les carbures de vanadium sont relativement solubles dans l'austénite, contrairement à leur solubilité dans la ferrite (logiciel FACT). Un bon traitement thermique permettrait la précipitation, la température de précipitation devrait donc être choisie en fonction d'une faible solubilité des carbures dans l'acier. De plus, la température ne doit pas être trop faible, car pour permettre la croissance des carbures, la cinétique de précipitation doit être favorisée. Ces deux points sont la base du développement de traitements thermiques pour la précipitation et croissance des carbures. Il serait intéressant de poursuivre ces recherches pour l'élaboration de traitements thermiques.

5.4 Conclusion

Les résultats obtenus et présentés dans ce chapitre nous ont permis d'étudier certains paramètres et d'évaluer leur influence sur la compressibilité. Les poudres autotrempantes sont relativement chargées en éléments d'alliage et peuvent présenter plusieurs précipités ou particules de 2^{ème} phases dures, ce qui est néfaste pour la compressibilité de ces poudres. Deux méthodes différentes ont été étudiées pour améliorer la compressibilité des poudres alliées, soit : les méthodes de réduction et un grossissement des particules de 2^{ème} phase. Étant donné que les quantités utilisées pour la majorité des essais est insuffisante pour réaliser des essais de compressibilité, la microdureté des particules a été utilisée pour estimer l'influence des traitements sur la compressibilité. Il n'existe pas de relation directe entre la compressibilité et la microdureté des particules, mais généralement plus la dureté des particules est élevée, moins la compressibilité est bonne.

Plusieurs méthodes de réduction ont été étudiées, dont la réduction sous vide, sous hydrogène et sous ammoniac dissocié. Chacune de ces méthodes a permis d'obtenir de bons résultats pour certains mélanges. La réduction sous vide a permis de réduire la dureté des particules des quatre mélanges testés (35SP4-SV, 35-SV, 58-3-SV et 58-5-SV). Le principal mode d'action de la réduction sous vide est de diminuer la teneur en carbone des poudres. La diminution la plus importante de dureté est de 29HV (35SP4-SV, %C_{final} = 0,002, %O_{final} = 0,280) et la plus faible diminution est de 16HV (58-3-SV, %C_{final} = 0,006, %O_{final} = 0,410).

La réduction sous hydrogène a été testée sur 10 mélanges (tableau 5.4). La réduction sous hydrogène a permis d'abaisser la dureté des particules de certains mélanges, mais d'autres mélanges présentent une augmentation de leur dureté. Le principal mode d'action de la réduction sous hydrogène est la réduction d'oxydes. Le %O de tous les mélanges a été réduit en fonction de la durée du traitement sous hydrogène. Cependant, le taux de carbone a augmenté de façon importante pour plusieurs mélanges. Une explication plausible

pour l'augmentation du taux de carbone serait une contamination de la chambre du four contenant des dépôts de carbone. Il serait nécessaire de répéter ces essais en évitant les sources de contamination. La diminution la plus importante de dureté a été obtenue pour les mélanges 51-H2 ($\Delta HV = -37$, $\%C_{\text{final}} = 0,039$, $\%O_{\text{final}} = 0,137$) et 52-H2 ($\Delta HV = -37$, $\%C_{\text{final}} = 0,041$, $\%O_{\text{final}} = 0,114$). L'augmentation la plus importante de dureté a été obtenue avec le mélange 58-1-H2 ($\Delta HV = +16$, $\%C_{\text{final}} = 0,010$, $\%O_{\text{final}} = 0,192$).

Un seul mélange (58-3-NH3) a été testé sous ammoniac. Les résultats de la réduction sous ammoniac ($\Delta HV = -22$, $\%C_{\text{final}} = 0,010$, $\%O_{\text{final}} = 0,317$) sont semblables à la réduction sous hydrogène ($\Delta HV = -5$, $\%C_{\text{final}} = 0,010$, $\%O_{\text{final}} = 0,262$), quoique la réduction sous ammoniac semble plus efficace. Le taux d'oxygène diminue en fonction de la durée du traitement sous ammoniac, tandis que le %C ne présente pas de relation directe en fonction du temps.

D'après les résultats obtenus avec les trois méthodes de réduction, dans la majorité des cas, le %O semble être le facteur déterminant influençant la microdureté des particules alors que le %C serait moins important. Cependant, l'effet des éléments d'alliage est lié au %C et le %O, puisqu'en réduisant des oxydes stables (V_2O_5 , Cr_2O_3 , MnO , SiO_2 , etc.) et les carbures (VC , Mo_2C , etc.) il y a durcissement secondaire par solution solide de ces éléments d'alliage qui sont en solution dans le fer. De plus, les analyses de carbone et d'oxygène réalisées ne donnent aucune information concernant la dispersion de ces deux éléments. Des analyses supplémentaires au microscope électronique à transmission pourrait révéler, à l'aide d'analyses ponctuelles, quels sont les carbures et oxydes présents, ainsi que leur distribution spatiale dans les particules de poudres.

L'autre volet de l'amélioration de la compressibilité est le grossissement des carbures. Le but du traitement thermique était que les poudres présentent des précipités volumineux en relativement faible quantité en évitant la présence de précipités fins. Le mouvement des

dislocations est moins gêné par la présence de gros précipités en faible quantité que par une présence de précipités fins en plus grande quantité. Différentes compositions chimiques ont été élaborées et étudiées. L'ajout de graphite et la diffusion du C réduit en partie les oxydes présents dans la poudre. Cependant, le % de graphite doit être bien dosé, sinon on se retrouve avec des teneur en carbone élevées dans la poudre, ce qui est néfaste sur la compressibilité. Pour les traitements thermiques de précipitation et de croissance des carbures, seul quelques traitements ont été conçus et étudiés, mais des recherches supplémentaires sont essentielles et suggérées pour étudier ces aspects.

À partir de la microdureté, il semble être possible d'obtenir une amélioration de la compressibilité des poudres alliées, notamment pour les méthodes de réduction. Les résultats présentés dans ce chapitre sont une bonne base pour des essais futurs.

CHAPITRE 6 : EFFET DU CUIVRE

6.1 Introduction

Le cuivre est un élément qui est beaucoup utilisé principalement comme ajout dans les mélanges de poudres. Sous cette forme, le cuivre permet d'améliorer la compressibilité des mélanges, puisque la dureté des particules de poudre de cuivre est relativement faible. De plus, comme le frittage des pièces d'acier s'effectue généralement à des températures supérieures au point de fusion du cuivre, ceci permet au cuivre de fondre et de diffuser presque entièrement lorsque la teneur est inférieure à sa limite de solubilité dans l'acier. Le cuivre permet également d'améliorer les propriétés mécaniques des pièces, ce qui est un de ses atouts majeurs. Au niveau de l'autotrempabilité, l'effet du cuivre se compare à celui du nickel, certains ouvrages suggèrent d'utiliser la somme arithmétique du cuivre et du nickel pour évaluer le facteur de trempabilité (ASM Handbook 1990). Le cuivre est un des seuls éléments, qui ajouté sous forme de poudre au mélange, diffuse entièrement à la température de frittage usuelle (1120°C). Les autres éléments d'alliage présentent des températures de fusion trop élevées ou sont trop facilement oxydables pour assurer une bonne diffusion ou ne pas s'oxyder. Dans ce chapitre, l'effet du cuivre allié directement dans la poudre a été étudié pour évaluer son effet sur la compressibilité et l'autotrempabilité.

6.2 Techniques d'ajout du cuivre

Comme mentionné dans l'introduction, le cuivre peut être ajouté par différentes techniques dans les pièces d'aciers fabriquées par métallurgie des poudres. De loin, la méthode la plus utilisée est l'ajout de poudre de cuivre pur au mélange de poudre de fer. Il existe d'autres méthodes d'addition du cuivre dans une pièce, soit le pré-alliage, l'alliage par diffusion ou l'infiltration de cuivre dans une pièce frittée. L'infiltration au cuivre n'as pas

été considérée dans le cadre de ce mémoire. Voici une brève description des différentes techniques d'ajout du cuivre.

6.2.1 Poudre ajoutée au mélange

Cette technique est la méthode classique d'ajout du cuivre. Une poudre de cuivre pur relativement fine est ajoutée à la poudre de fer alliée et avec du graphite en poudre et du lubrifiant. La granulométrie typique du cuivre utilisé dans les mélanges est présentée au tableau 6.1. Le mélange est pressé pour obtenir un échantillon cru. Lors du frittage de cet échantillon cru, la poudre de cuivre fond et ainsi, le cuivre liquide et le graphite diffusent dans la poudre de fer, pour obtenir l'échantillon fritté d'acier allié au cuivre. Le cuivre permet ainsi d'augmenter les propriétés mécaniques.

Tableau 6.1 : Granulométrie typique du cuivre utilisé dans les mélanges

Tamis (mesh)	Taille des particules (μm)	Fraction massique (%)
+100	+150	Trace
+150	+112	1,0 max
-325	-45	50-65

6.2.2 Poudre alliée par diffusion

Dans cette technique, la poudre de cuivre est ajoutée à la poudre de fer seulement. Ce mélange est porté à haute température pour permettre au cuivre de diffuser partiellement ou en totalité à l'intérieur de la poudre de fer. Ce mélange est ensuite broyé pour l'obtention d'une poudre alliée au cuivre. Une distinction est faite entre un mélange où il reste des particules résiduelles de cuivre et un mélange ne présentant plus de particules résiduelles de cuivre. Dans le cas où une phase riche en cuivre n'est plus visible autour des particules de fer, la poudre est qualifiée de poudre alliée. Dans l'autre cas où la diffusion est partielle et qu'une proportion importante des particules de cuivre n'a pas diffusée, la

poudre est qualifié de poudre alliée par diffusion. Un broyage du mélange est ensuite effectué pour obtenir une poudre alliée ou une poudre alliée par diffusion.

6.2.3 Poudre pré-alliée

Cette dernière technique consiste à ajouter le cuivre directement dans le bain de métal liquide avant l'atomisation de la poudre de fer alliée. Le cuivre se retrouve donc uniformément distribué dans la poudre de fer. Cette poudre peut être directement utilisée avec de la poudre de graphite et du lubrifiant pour la production d'échantillons ou de pièces.

6.3 Poudres expérimentales

Pour permettre l'étude de l'effet du cuivre sur diverses propriétés, telles l'autotrempabilité et la compressibilité, plusieurs poudres au cuivre expérimentales ont été développées. Deux techniques d'ajout du cuivre ont été utilisées pour la production de ces poudres expérimentales soit celle de la poudre ajoutée au mélange (la méthode classique) et celle de la poudre alliée par diffusion. Des essais sur une poudre pré-alliée aurait été intéressants, mais ni le laboratoire à l'École Polytechnique et ni les équipements de Domfer ne permettaient la production d'une telle poudre. Au tableau 6.2 est présenté l'ensemble des mélanges de poudres expérimentales au cuivre élaborées. Ce tableau indique la poudre de base utilisée, la quantité de cuivre ajouté, la méthode d'ajout du cuivre et les propriétés étudiées du mélanges soit l'autotrempabilité et la compressibilité. Les résultats d'autotrempabilité sont présentés à la section suivante.

6.4 Effet du cuivre sur l'autotrempabilité

Afin d'évaluer l'autotrempabilité, certains mélanges du tableau 6.2 ont été choisis. Les diagrammes d'autotrempabilité de chacun des mélanges choisis sont présentés aux figures 6.1, 6.4, 6.5 et 6.6. Dans la section 6.4.1, la dureté est présentée en unité absolue, plutôt que relative, pour montrer l'effet d'une quantité importante de cuivre sur la dureté maximale qu'il est possible d'obtenir. Dans la section 6.4.2 les mêmes diagrammes sont pré-

Tableau 6.2 : Poudres expérimentales au cuivre élaborées

Mélange	Poudre de base	% Cu	Technique d'ajout	Autotrempabilité	Compressibilité
36-2AJ	XP36SP2	2	Ajouté	X	X
36-2AL			Allié	X	X
36-2AR			Allié et recuit		X
36-5AJ		5	Ajouté		X
36-5AL			Allié		X
36-10AJ		10	Ajouté	X	X
36-10AL			Allié	X	X
51-2AJ	MP51FM	2	Ajouté	X	X
51-2AL			Allié	X	X
51-5AJ		5	Ajouté	X	X
51-5AL			Allié	X	X
51-10AJ		10	Ajouté		X
51-10AL			Allié		X
58-2AJ	MP58FM(5)	2	Ajouté	X	X
58-2AL			Allié		X
58-5AJ		5	Ajouté	X	X
58-5AL			Allié	X	X
58-10AJ		10	Ajouté		X
58-10AL			Allié		X
52-2AJ	MP52	2	Ajouté	X	X
52-2AL			Allié	X	X
52-2AR			Allié et recuit		X
52-5AJ		5	Ajouté	X	X
52-5AL			Allié	X	X
52-5AR			Allié et recuit		X
52-10AJ		10	Ajouté		X
52-10AL			Allié		X
52-10AR			Allié et recuit		X

sentés avec des unités de dureté relative pour permettre de comparer tous les diagrammes entre eux. Tous les échantillons ont été austénitisés à 1120°C.

6.4.1 Diagrammes d'autotrempabilité en dureté absolue

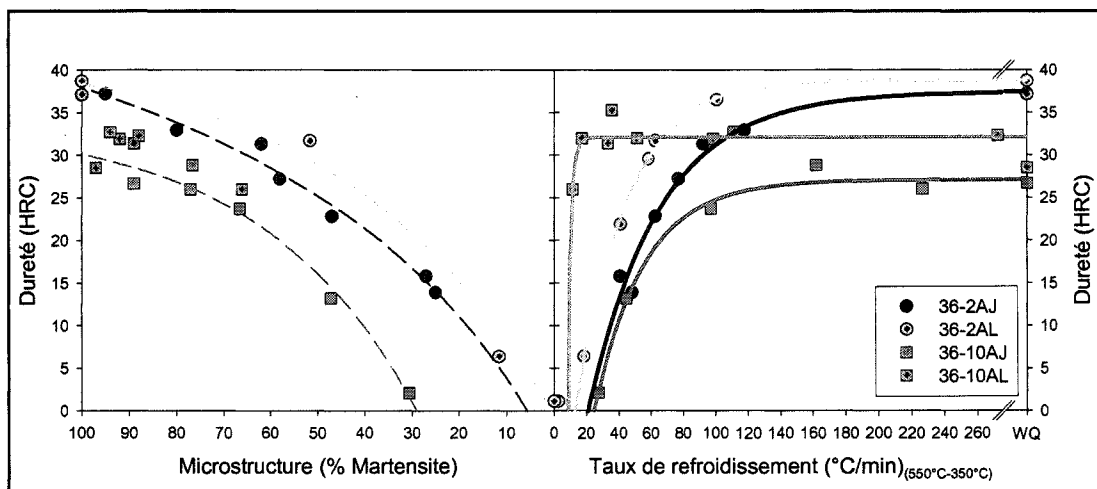


Figure 6.1 : Effet du cuivre sur l'autotrempabilité des mélanges de XP36SP2

On peut voir à la figure 6.1 l'effet de la technique d'ajout de 2% et 10% de cuivre sur l'autotrempabilité de la XP36SP2. Lorsque le cuivre est allié, le taux critique de refroidissement est d'autant plus faible (meilleure autotrempabilité) que la quantité de cuivre allié est grande. Pour de faibles teneurs de cuivre allié (2%Cu), l'autotrempabilité est légèrement plus grande (taux critique de 56°C/min) que lorsque le cuivre est ajouté (taux critique de 71°C/min). Pour des teneurs élevées en cuivre (10%Cu), l'autotrempabilité est de beaucoup supérieure (taux critique de 10°C/min) pour le cuivre allié que pour le cuivre ajouté (taux critique de 53°C/min). Cependant, il est possible de remarquer que pour des teneurs en cuivre élevée (10%Cu), la dureté maximale (≈ 33 HRC) est plus faible que pour de faibles teneurs en cuivre ($\approx 38-39$ HRC). Ceci est dû au cuivre libre dans la matrice. En effet, des teneurs de l'ordre de 10% Cu sont supérieures à la limite de solubilité du cuivre dans l'acier, qui est maximale à 1120°C dans notre intervalle de température utilisé. La figure 6.2 illustre le diagramme d'équilibre Fe-Cu où il est possible de voir que la limite de solubilité maximale du cuivre dans l'austénite à 1120°C est de 8,8%.

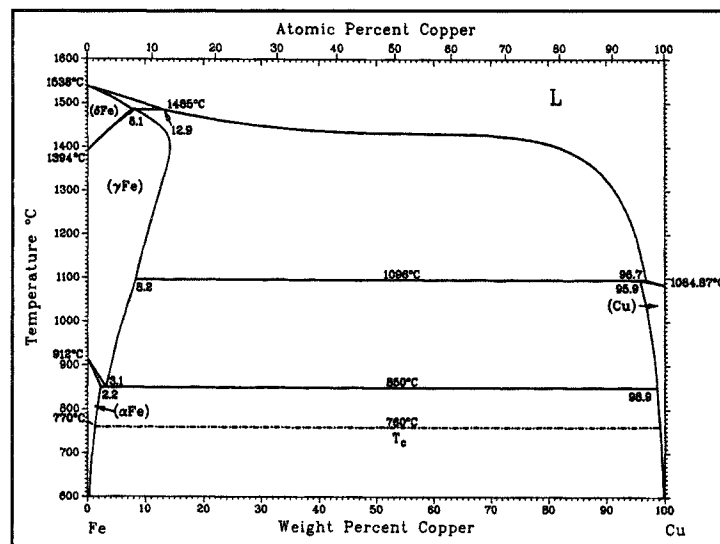


Figure 6.2 : Diagramme d'équilibre Fe-Cu

La présence de cuivre libre ou légèrement allié au fer (Julien 2003), qui est une phase de dureté faible comparativement à la phase d'acier allié avec 0.8%C, contribue à diminuer la dureté des échantillons. Une poudre allié à 10%Cu est plus dure qu'une poudre à laquelle 10%Cu est ajouté. Cet effet pourrait être attribuable à une plus grande quantité de cuivre qui a diffusé à l'intérieur des particules d'acier, les rendant ainsi plus trempantes. Cet effet peut également provenir d'une meilleure homogénéité du cuivre dans les particules d'acier. Les détails sur la caractérisation du cuivre dans les poudres expérimentales au cuivre sont présentés dans la section 6.5. La figure 6.3 présente des micrographies de la XP36SP2 avec 10%Cu allié et 10%Cu ajouté, les zones noires sont de la porosité, les zones brunes sont de la bainite, les grandes zones claires sont de la martensite et les petites zones orangées sont du cuivre. La figure 6.3 a) provient d'un échantillon avec 10%Cu ajouté, qui a été refroidi à 44,9°C/min et la figure 6.3 b) provient d'un échantillon allié avec 10%Cu refroidi à 33,4°C/min. On peut voir sur ces micrographies que l'échantillon a), quoique refroidi plus rapidement que l'échantillon b), présente beaucoup plus de zones bainitiques et est donc moins trempant. On remarque également sur l'échantillon a) une quantité plus importante de cuivre libre (4%Cu) que sur l'échantillon b) (2%Cu). Ce cuivre libre qui n'a pas pénétré dans les particules de poudres de fer ne participe pas à l'auto-

trempabilité de la poudre d'acier et explique donc le fait que l'échantillon a) soit moins trempant que l'échantillon b).

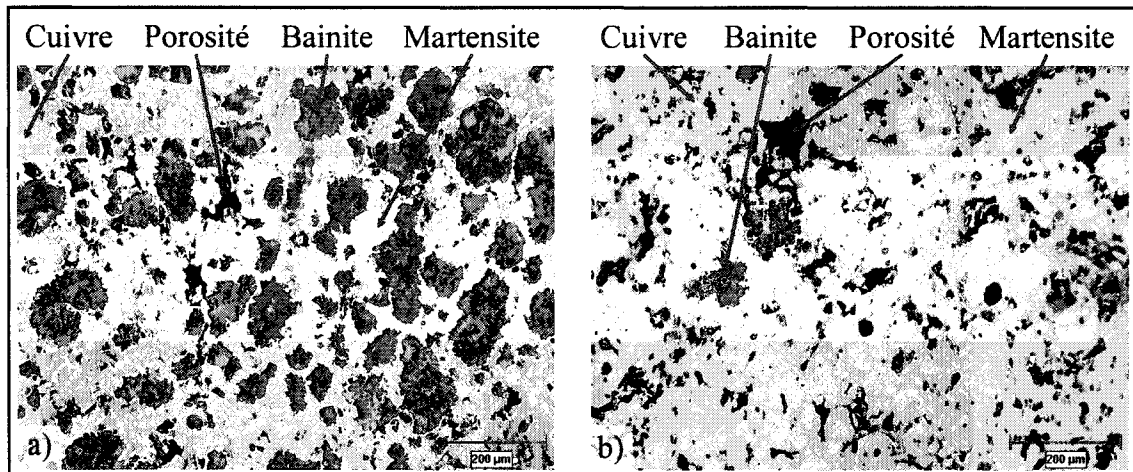


Figure 6.3 : Micrographies de la XP36SP2
a) 10%Cu ajouté (44,9°C/min - 13,2HRC)
b) 10%Cu allié (33,4°C/min - 31,4HRC)

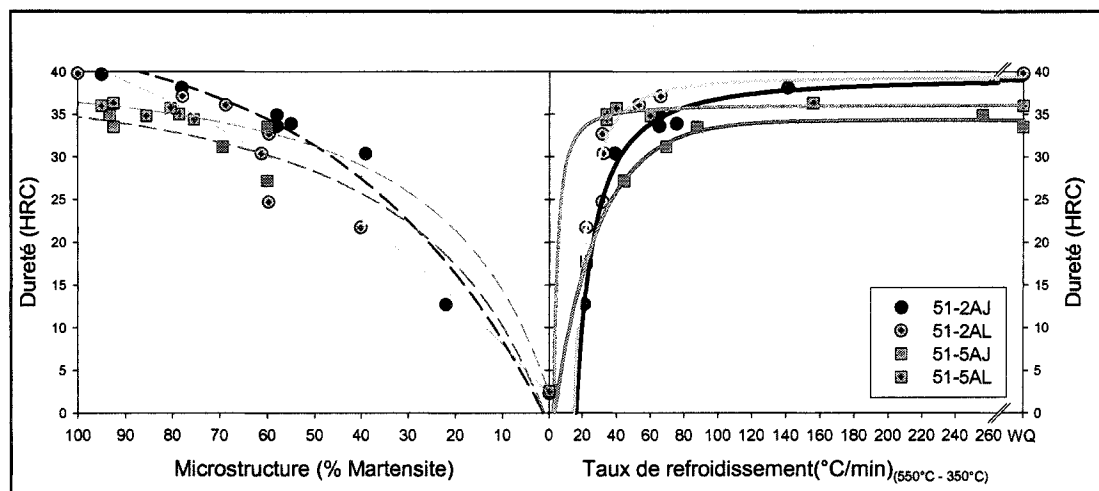


Figure 6.4 : Effet du cuivre sur l'autotrempabilité des mélanges de MP51FM

La MP51FM est une poudre plus trempante que la XP36SP2 et l'effet de la technique d'ajout du cuivre présente un impact moins important sur la trempabilité. À 2% Cu allié,

l'autotrempabilité de la MP51FM ne s'en trouve que légèrement améliorée comparative-ment au mélange où le cuivre est ajouté. Cependant, lorsque que la teneur en cuivre augmente à 5%, l'effet de la technique d'ajout est plus important. Le taux critique passe de (13°C/min) lorsque 5%Cu sont alliés à (48°C/min) lorsque le cuivre est ajouté. Tout comme la XP36SP2, la MP51FM présente une baisse de dureté maximale pour des teneurs en cuivre supérieures à 2%.

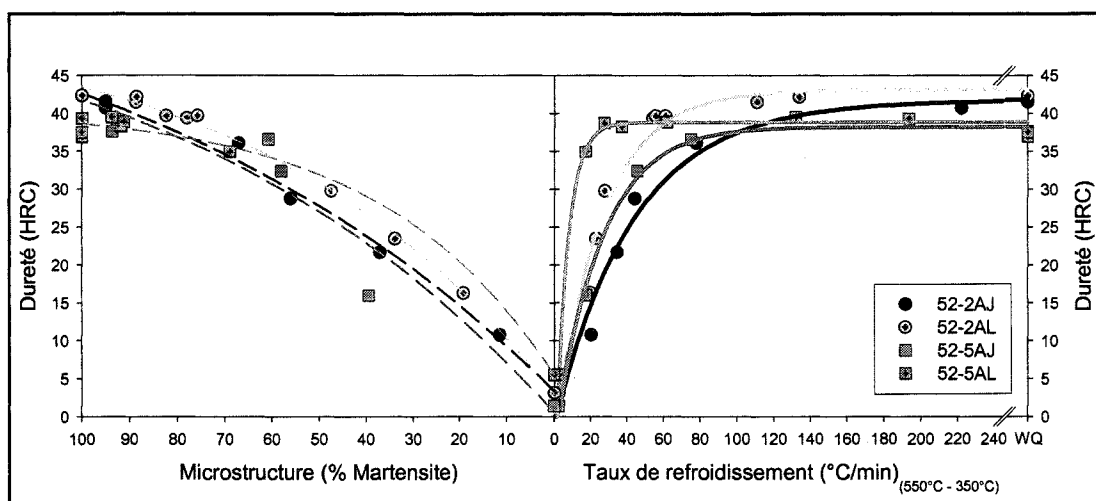


Figure 6.5 : Effet du cuivre sur l'autotrempabilité des mélanges de MP52

La MP52 est la poudre qui suit la MP51FM au niveau de l'autotrempabilité. Contrairement à la MP51FM, l'effet de la technique d'ajout à 2% Cu a un effet plus important sur l'autotrempabilité de la MP52. Lorsque le cuivre est allié le taux critique est plus faible. À 5%Cu, l'effet est toujours aussi marqué sur l'autotrempabilité et ne diffère pas beaucoup de la MP51FM. Il y a une chose intéressante à remarquer : à 5%Cu, la dureté maximale est très similaire que le cuivre soit allié ou ajouté, ce qui diffère des deux poudres étudiées précédemment. Dans le chapitre 3 sur l'autotrempabilité des poudres expérimentales, il a été vu que l'effet stabilisateur du molybdène était important lorsque la teneur en molybdène était relativement élevée, soit environ $\approx 1,3\%$ comme la MP51FM. Ceci pourrait expliquer la cause de l'augmentation plus importante de l'autotrempabilité de la

MP52. Le molybdène stabiliserait le domaine bainitique de la MP51FM, ce qui limiterait légèrement l'effet du cuivre allié sur l'autotrempabilité de cette dernière.

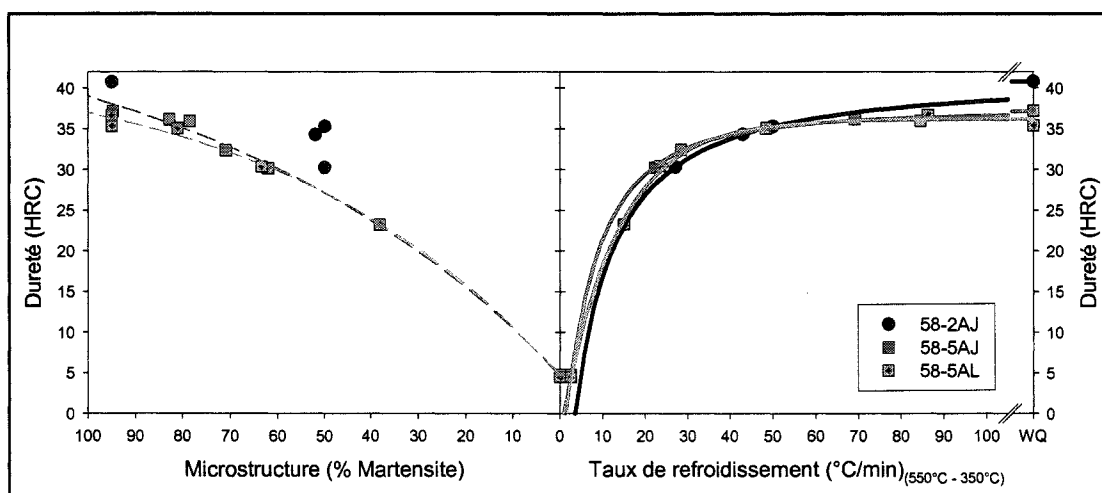


Figure 6.6 : Effet du cuivre sur l'autotrempabilité des mélanges de MP58FM

La MP58FM est la dernière poudre de la série sur laquelle l'effet du cuivre sur l'autotrempabilité a été étudié et c'est également la plus trempante. Contrairement aux poudres précédentes, l'effet de la technique d'ajout du cuivre est négligeable à 2% et à 5% Cu. Cette poudre est probablement déjà trop trempante pour que l'effet du cuivre soit apparent. Par le fait même, tout comme la MP52, à 5% Cu la dureté maximale est semblable que le cuivre soit allié ou ajouté

6.4.2 Diagrammes d'autotrempabilité en dureté relative

Pour permettre de comparer l'effet du cuivre sur toutes les courbes, la figure 6.7 présente les quatre diagrammes d'autotrempabilité sur l'effet du cuivre avec la dureté en unités relatives. Sur cette figure la portion des diagrammes incluant la microstructure n'est pas présentée pour permettre d'alléger les diagrammes. Tout comme dans la section sur l'autotrempabilité, les différentes courbes ont été modélisées à l'aide d'une équation hyper-

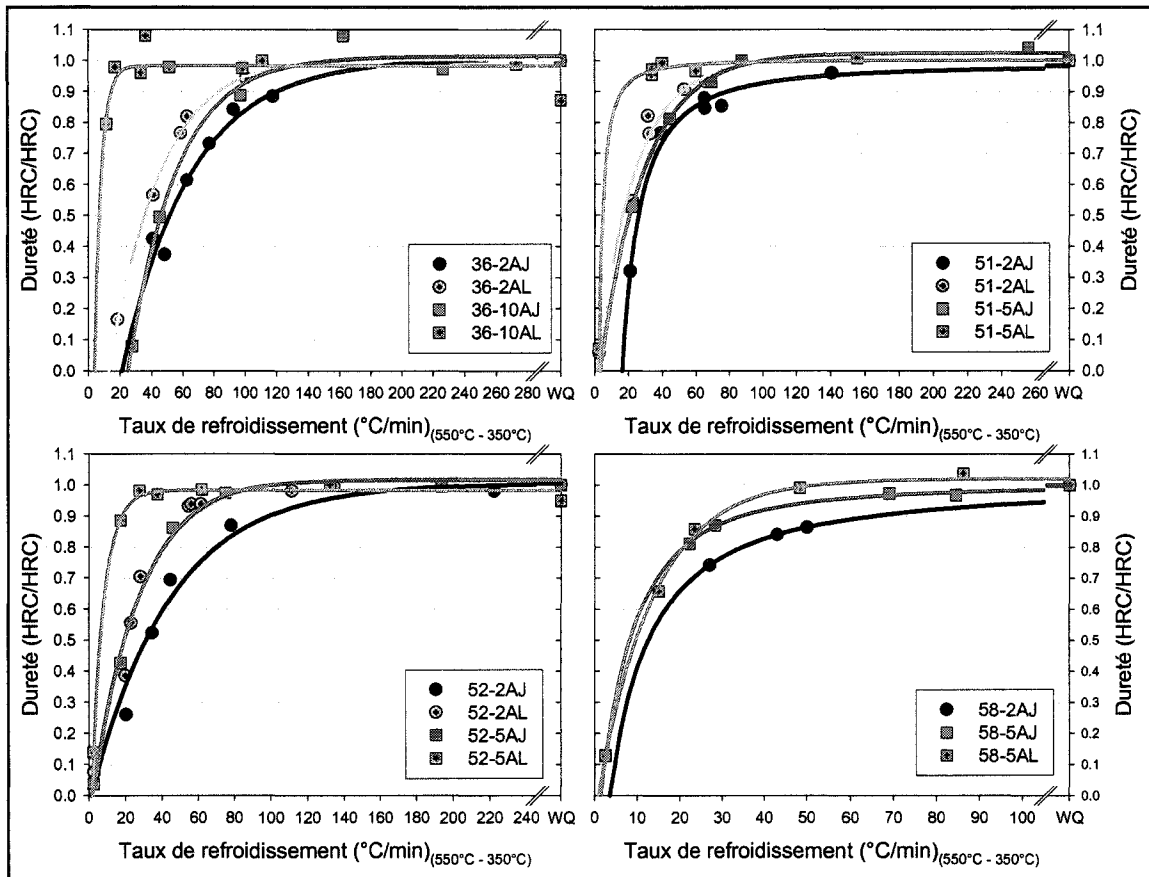


Figure 6.7 : Diagrammes d'autotrempabilités de tous les mélanges avec cuivre en dureté relative

bolique (équation 6.1) et le tableau 6.3 présente la valeur des différents paramètres pour la modélisation de chacun des mélanges.

$$\text{Dureté relative } \left(\frac{\text{HRC}}{\text{HRC}} \right) = a - \left(\frac{b}{\{1 + (c \times \text{Vitesse } (^{\circ}\text{C}/\text{min}))\}} \right)^{\left(\frac{1}{d} \right)} \quad (6.1)$$

Tableau 6.3 : Paramètres des courbes d'autotrempabilités modélisées pour l'effet du cuivre (voir équation 6.1)

Mélange	Paramètres			
	a	b	c	d
36-2AJ	1,007	1,622	$3,312 \times 10^{-5}$	$1,4161 \times 10^{-3}$
36-2AL	1,002	1,460	$-2,000 \times 10^{-3}$	$-6,833 \times 10^{-2}$
36-10AJ	1,015	2,299	$2,402 \times 10^{-4}$	$7,302 \times 10^{-3}$
36-10AL	$9,826 \times 10^{-1}$	2,610	$3,699 \times 10^{-4}$	$1,564 \times 10^{-3}$
51-2AJ	$9,889 \times 10^{-1}$	$4,324 \times 10^2$	3,109	$6,485 \times 10^{-1}$
51-2AL	1,000	1,069	$-3,623 \times 10^{-5}$	$-7,922 \times 10^{-4}$
51-5AJ	1,024	1,164	$2,416 \times 10^{-5}$	$6,290 \times 10^{-4}$
51-5AL	1,002	3,493	$4,996 \times 10^{-1}$	$6,310 \times 10^{-1}$
52-2AJ	1,006	1,036	$1,145 \times 10^{-5}$	$4,965 \times 10^{-4}$
52-2AL	1,021	1,088	$1,976 \times 10^{-5}$	$5,142 \times 10^{-4}$
52-5AJ	1,016	1,092	$-1,993 \times 10^{-3}$	$-5,256 \times 10^{-2}$
52-5AL	$9,833 \times 10^{-1}$	1,252	$2,890 \times 10^{-4}$	$1,908 \times 10^{-3}$
58-2AJ	1,010	1,570	$1,211 \times 10^{-1}$	$8,205 \times 10^{-1}$
58-5AJ	$9,979 \times 10^{-1}$	1,192	$5,646 \times 10^{-2}$	$4,330 \times 10^{-1}$
58-5AL	1,020	1,094	$1,822 \times 10^{-5}$	$2,370 \times 10^{-4}$

Étant donné qu'il est peu pratique de comparer la trempabilité directement en utilisant les équations avec la définition du 50% martensite (la dureté et la vitesse de refroidissement sont les deux seules variables), il est possible de définir le taux critique de refroidissement autrement. Comme à partir d'une certaine vitesse de refroidissement, propre à chaque mélange, on obtient une dureté maximale, il est possible de définir un taux critique comme étant le point où un certain ratio de la dureté maximale est atteinte. Nous avons définis le

taux critique à une dureté relative de 0,8. Le tableau 6.4 et la figure 6.8 illustrent les valeurs de taux critique pour une dureté relative de 0,8.

Tableau 6.4 : Taux critique des mélanges aux cuivre pour une dureté relative de 0,8

Mélange	Taux critique (°C/min) (pour une dureté relative de 0,8)
36-2AJ	91
36-2AL	64
36-10AJ	73
36-10AL	12
51-2AJ	48
51-2AL	37
51-5AJ	43
51-5AL	11
52-2AJ	70
52-2AL	41
52-5AJ	41
52-5AL	13
58-2AJ	35
58-5AJ	21
58-5AL	21

La figure 6.8 nous permet de comparer la performances des différents mélanges avec cuivre à l'aide du taux critique de refroidissement. Plus le taux critique est faible plus le mélange est trempant. La première série des mélanges les plus trempants ($\approx 12^{\circ}\text{C}/\text{min}$) est constituée des mélanges 51-5AL, 36-5AL et 52-5AL. La 2^{ème} série de mélanges trempants ($\approx 21^{\circ}\text{C}/\text{min}$) est constitué des mélanges 58-5AJ et 58-5AL. La 3^{ème} série ($\approx 35^{\circ}\text{C}/\text{min}$ à $48^{\circ}\text{C}/\text{min}$) est constituée dans l'ordre des mélanges 58-2AJ, 51-2AL, 52-2AL, 52-

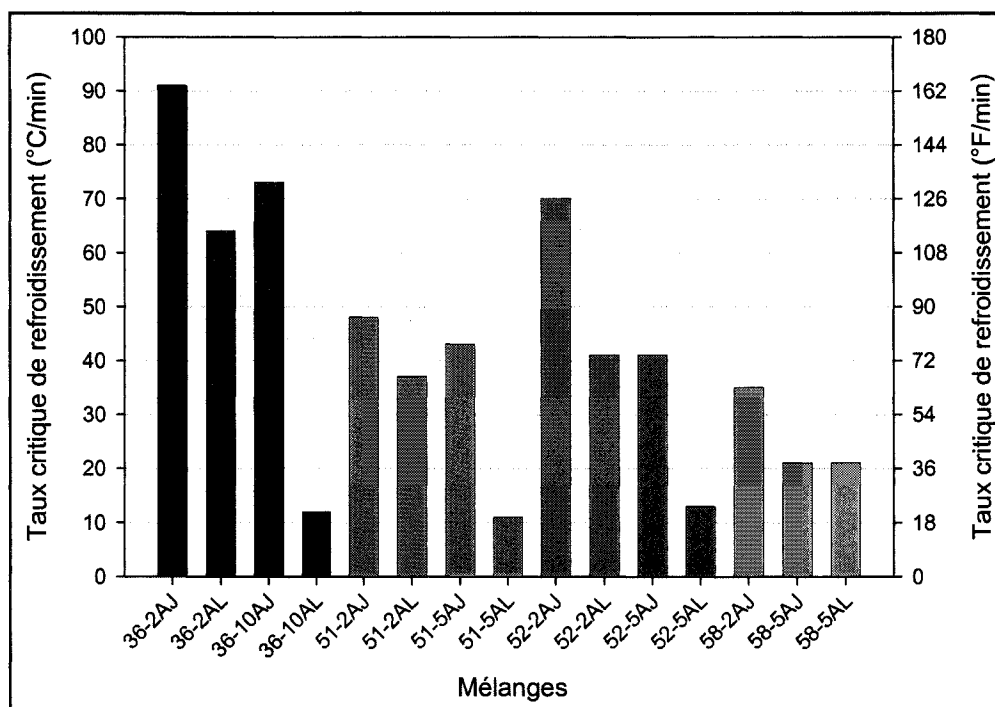


Figure 6.8 : Taux critique des mélanges aux cuivre pour une dureté relative de 0,8
 5AJ, 51-5AJ et 51-2AJ. La dernière série, les mélanges les moins trempants ($\approx 64^{\circ}\text{C}/\text{min}$ à $91^{\circ}\text{C}/\text{min}$) est constituée des mélanges 36-2AL, 52-2AJ, 36-10AJ et 36-2AJ.

Le premier point à remarquer est la similitude des taux critiques entre les mélanges dont la poudre de base est identique, mais qui ont 2%Cu allié et 5%Cu ajouté. Les mélanges dont 5%Cu a été ajouté est aussi trempant, sinon plus, qu'un mélange semblable, mais avec 2% allié (51-2AL/52-5AJ et 52-2AL/52-5AJ). Étant donné la meilleure compressibilité des mélanges avec 5%Cu ajouté (voir tableau 6.4) ces mélanges seraient préférables aux mêmes mélanges avec 2%Cu allié. On remarque également que la plupart des mélanges avec 5%Cu et 10%Cu allié sont relativement trempants (taux critique $< 21^{\circ}\text{C}/\text{min}$). Également, les mélanges à base de XP36-SP2, à l'exception du mélange 36-10AL, présentent des taux critiques relativement plus élevés que la plupart des autres mélanges. Pour tous les mélanges, à poudre de base et à quantité de cuivre égale, le taux critique est plus faible lorsque le cuivre est allié comparativement à lorsque le cuivre est ajouté.

6.5 Diffusion et caractérisation du cuivre dans les poudres expérimentales.

Dans la section précédente, des hypothèses ont été émises quant à la dispersion du cuivre dans les particules et les échantillons frittés. Dans cette section, des coupes métallographiques des poudres et d'échantillons trempés ont été étudiées et analysées pour évaluer la distribution spatiale du cuivre. La distribution du cuivre dans les poudres a tout d'abord été étudiée.

6.5.1 Distribution spatiale du cuivre diffusé dans les poudres de base

En premier lieu, la distribution spatiale du cuivre à l'intérieur de la matrice d'acier dans les poudres avant pressage a été étudiée, pour des teneurs en cuivre de 2%, 5% et 10% et la MP51FM comme poudre de base. La MP51FM a été choisie, car elle ne contient que du molybdène, ce qui facilite les analyses quantitatives. À la figure 6.9 sont présentées des micrographies de la poudre MP51FM réalisées au MEB avec, respectivement, des teneurs de 10% (A), 5% (B) et 2% (C) de cuivre allié avec la poudre. Lorsque 2% cuivre est allié, il n'y a pratiquement pas de cuivre à l'état libre. Avec un accroissement de la teneur en cuivre allié, la quantité de cuivre à l'état libre augmente (zones blanches). Avec l'observation de ces micrographies, on remarque que la microstructure ne semble pas du tout homogène à l'intérieur des poudres. Les zones sombres représentent une concentration en cuivre faible et les zones plus claires représentent une concentration en cuivre plus élevée.

À la figure 6.10 sont présentés des spectres rayons X des différentes zones observées dans les poudres et à la figure 6.11 sont présentées des analyses quantitatives rayons X réalisées à l'aide d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde sur des particules de MP51FM allié avec 10%, 5% et 2% Cu. Les résultats des analyses quantitatives sont donnés au tableau 6.5.

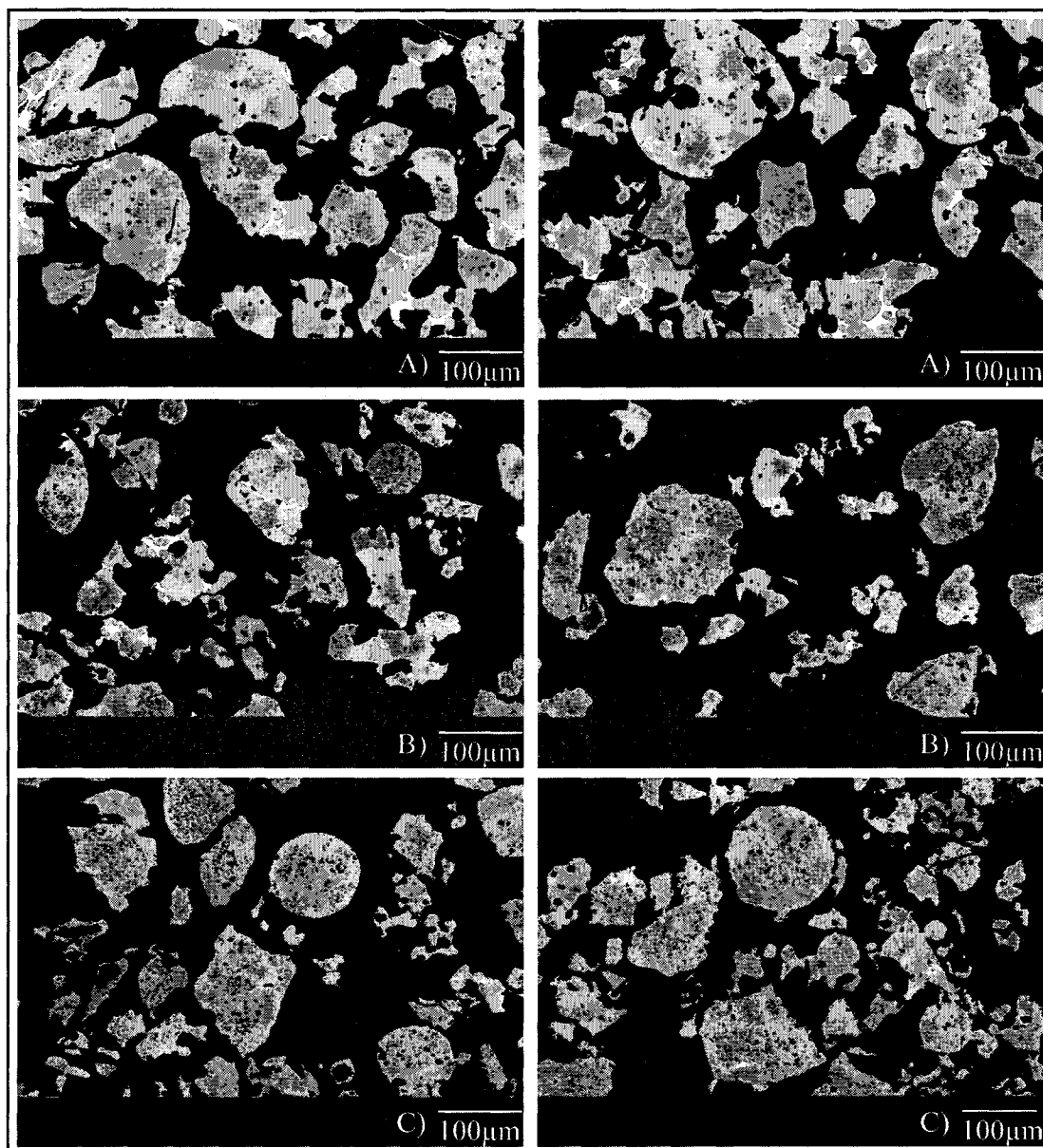


Figure 6.9 : Micrographies de particules de poudre de MP51FM

A) 10% Cu allié

B) 5% Cu allié

C) 2% Cu allié

D'après les résultats du tableau 6.5 et des figures 6.9 à 6.11, il est clair que la distribution n'est pas homogène dans les poudres alliées au cuivre peu importe la quantité de cuivre

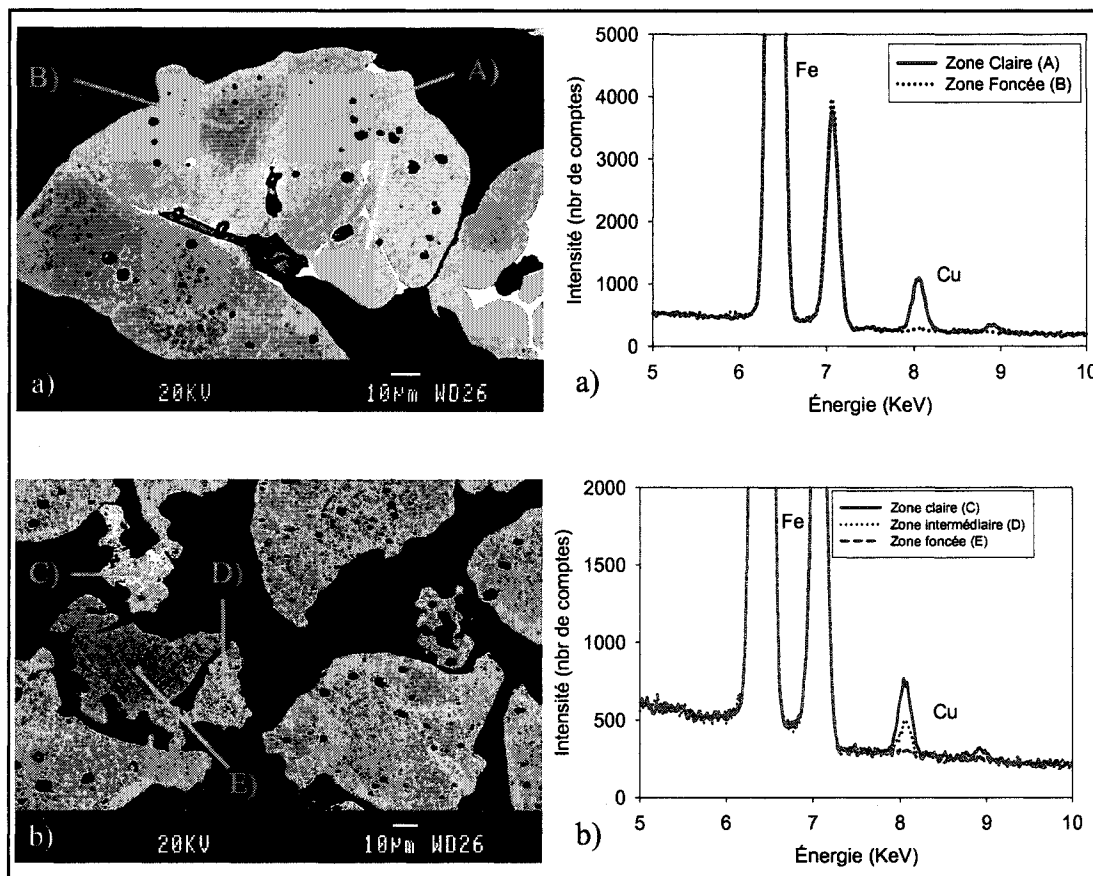


Figure 6.10 : Spectres rayons X dans les particules de poudre de MP51FM

a) MP51FM + 10%Cu allié

b) MP51FM + 2%Cu allié

allié 2, 5 ou 10%. Il y a tout d'abord une phase riche en cuivre présente lorsque les quantités de cuivre sont de 5% ou 10%. Il y a également présence de gradients de concentration à l'intérieur des particules alliées au cuivre, qui peut varier de 1 à 2% pour les poudres faiblement alliées (2%) et jusqu'à 5-6% pour la poudre plus fortement alliée (10%). La distance de pénétration du cuivre est d'environ 0 à 20 μ m (2%Cu), 0 à 25 μ m (5%Cu) et 0 à 30 μ m (10%Cu) Finalement, il y a une différence de concentration entre les particules peu importe la quantité de cuivre alliée dans les poudres. Ces résultats peuvent avoir des effets importants lors de l'évaluation de la compressibilité étudiée dans la section 6.6. Dans la prochaine section, l'homogénéité du cuivre a été étudiée dans les échantillons frittés (utilisés pour déterminer l'autotrempeabilité).

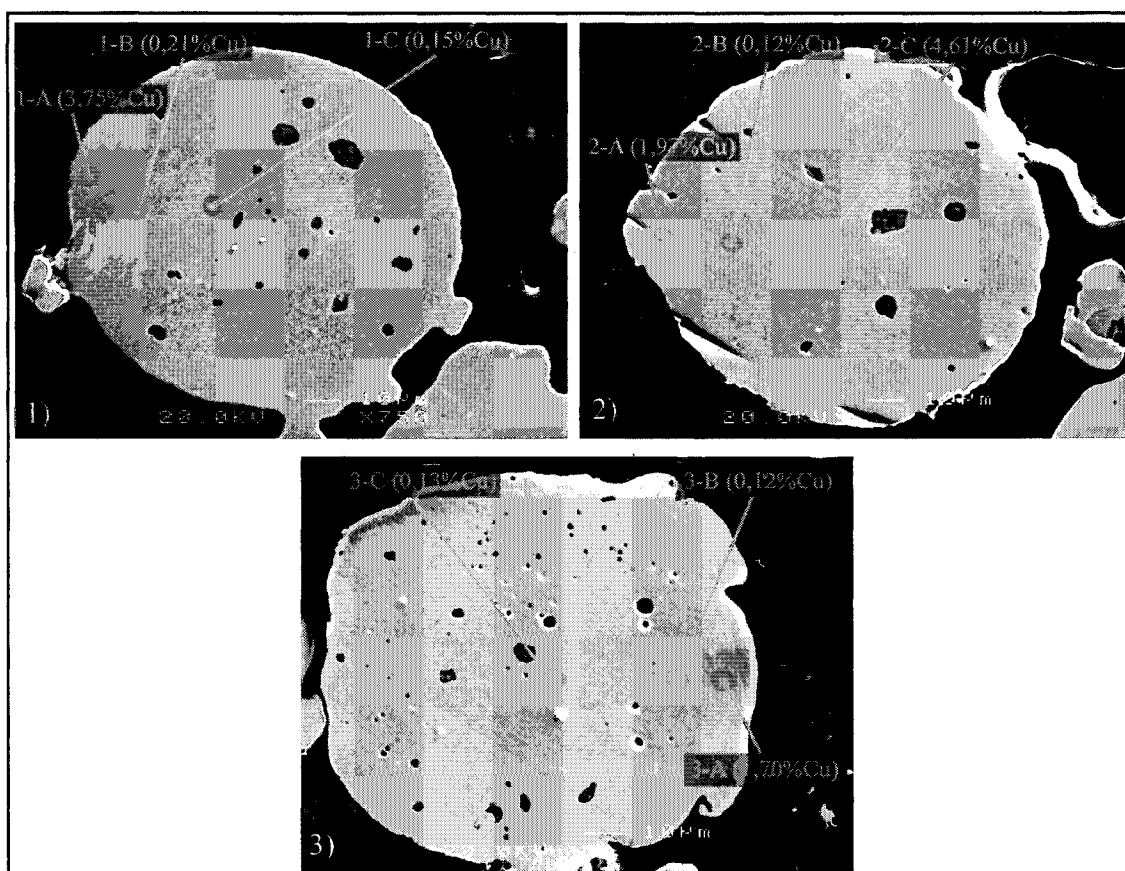


Figure 6.11 : Analyses quantitatives réalisées sur des particules de MP51FM réalisées à l'aide d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde

1) MP51FM + 10% Cu allié

2) MP51FM + 5% Cu allié

3) MP51FM + 2% Cu allié

Tableau 6.5 : Analyses quantitatives du cuivre des régions identifiées à la figure 6.11

Poudre	Figure	% Cu		
		A	B	C
MP51FM + 10 %Cu allié	6.11 : 1-	3,75	0,21	0,15
MP51FM + 5 %Cu allié	6.11 : 2-	1,97	0,12	4,61
MP51FM + 2 %Cu allié	6.11 : 3-	1,70	0,12	0,13

6.5.2 Distribution spatiale du cuivre dans les échantillons frittés

Dans la section précédente, la distribution spatiale du cuivre dans la poudre a été étudiée. Dans cette section, la distribution spatiale du cuivre dans les échantillons frittés sera présentée. Premièrement, tout comme dans la poudre, il a été observé la présence d'une phase riche en cuivre pour des teneurs élevées en cuivre (5% et 10%).

Pour des teneurs de 2%, aucune présence de cuivre libre n'a été observée. Pour des teneurs de 5% et de 10% de cuivre ajouté, des îlots riches en cuivre ont été observés. La fraction de ces îlots peut s'élever jusqu'à environ 6%, dépendamment du taux de refroidissement et de la teneur des différents éléments d'alliage (voir figure 6.13). À la figure 6.12 les microstructures de MP51FM avec addition de 5% Cu allié et ajouté sont présentées, les deux échantillons ont été trempés à l'eau directement après l'austénitisation. Ces micrographies ont été prises au MEB en électrons rétrodiffusés pour permettre de bien distinguer le contraste chimique des phases.

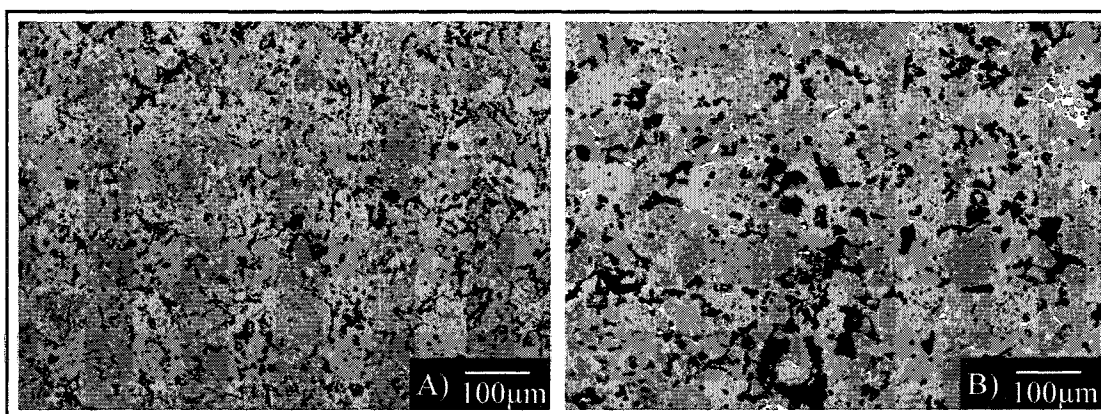


Figure 6.12 : Micrographies d'échantillons de MP51FM trempés à l'eau après austénitisation

a) MP51FM + 5% Cu allié

b) MP51FM + 5% Cu ajouté

Trois constituants peuvent être distinguées, soit la porosité (zones noires), le cuivre (zones blanches) et la matrice d'acier (zones grises). Il est clair que la méthode d'ajout influence grandement la distribution spatiale du cuivre dans les échantillons. Lorsque la teneur en cuivre ajouté est importante ($> 2\%Cu$), le cuivre ne diffuse pas en entier dans la matrice de fer, tandis qu'il est totalement en solution pour un ajout de $2\%Cu$. À la figure 6.13 est présenté le pourcentage de cuivre libre dans tous les échantillons contenant plus de 2% cuivre ayant servi aux essais d'autotrempabilité.

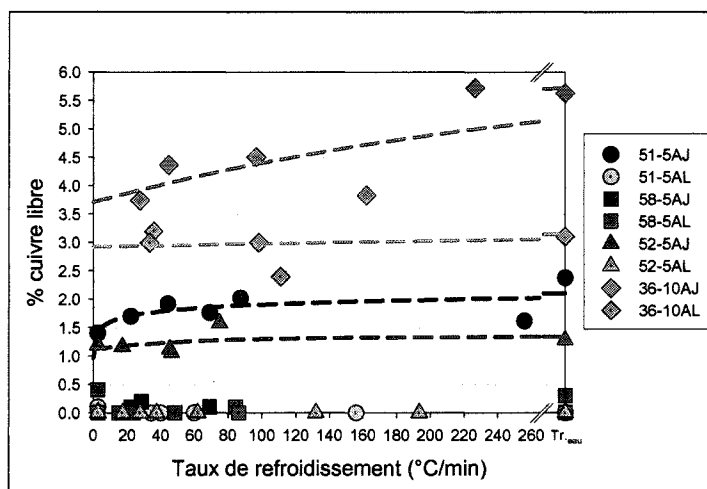


Figure 6.13 : Teneurs en cuivre libre des échantillons d'autotrempabilité

Il est possible d'y voir que lorsque le cuivre est allié à 5% , il est presque complètement en solution solide à l'intérieur de la matrice d'acier peu importe la poudre utilisée. Lorsque 5% de cuivre est ajouté au mélange de poudre, il y a toujours une quantité de cuivre à l'état libre. À 5% cuivre ajouté, la quantité de cuivre libre varie en fonction de la poudre de base utilisée dans le mélange. La $MP58FM_{(5)}$ présente la fraction de la phase riche en cuivre la plus faible ($\approx 0,25\%$), tandis que la $MP52$ et la $MP51FM$ présentent des fractions relativement plus élevées ($\approx 1,2\%$ et $\approx 2\%$ respectivement). Les éléments d'alliages pré-alliés semblent avoir un effet sur la diffusion du cuivre lors du frittage. Cet effet pourrait expliquer en partie les différences de trempabilité entre les mélanges avec $5\%Cu$ allié et

5%Cu ajouté. En effet, étant donné que les mélanges avec cuivre présentent une fraction de cuivre libre plus importante, il y a moins de cuivre en solution solide dans la matrice d'acier. Les résultats d'autotrempabilité semblent supporter cette hypothèse. La différence de trempabilité entre les mélanges 58-5AJ et 58-5AL est faible et la fraction de cuivre libre est très similaire ($\Delta Cu = 0,25\%$). Pour les mélanges 51-5AJ/51-5AL et 52-5AJ/52-5AL, la différence d'autotrempabilité est plus importante, alors qu'ils présentent également des différences notables de la fraction de cuivre libre ($\Delta Cu = 1,2\%$ et $\Delta Cu = 2\%$). Afin de comparer l'effet du cuivre libre sur l'autotrempabilité, nous avons défini un ratio reliant la variation du taux critique et la quantité de cuivre en solution solide (équation 6.2).

$$R = \frac{\Delta(\text{Taux critique de refroidissement})}{\Delta(\text{Cuivre solution solide})} \quad (6.2)$$

Le tableau 6.6 présente le taux critique de refroidissement (provenant du tableau 6.4), la quantité de cuivre en solution solide présent dans les échantillons, ainsi que le ratio R calculé entre les mélanges 51-5AJ/51-5AL, 52-5AJ/52-5AL et 58-5AJ/58-5AL. Ce ratio

Tableau 6.6 : Ratio R des mélanges avec 5% Cu ajouté et 5%Cu allié

Mélange	Taux critique de refroidissement (°C/min)	Cuivre en solution solide (%)	Ratio R
51-5AJ	43	3,2	17,8
51-5AL	11	5,0	
52-5AJ	41	3,8	23,3
52-5AL	13	5,0	
58-5AJ	21	4,9	0,0
58-5AL	21	5,0	

montre bien l'effet du %Cu en solution solide sur le taux critique de refroidissement des différents mélanges. Les mélanges 58-5AJ et 58-5AL présentent un $R = 0,0$ (aucun

impact sur le taux critique) alors que pour les mélanges 51-5AJ/51-5AL et 52-5AJ/52-5AL le ratio R vaut respectivement 17,8 et 23,3, ce qui signifie que le taux critique est fortement influencé par le cuivre en solution solide.

Avec ces quelques résultats, il est difficile de déterminer le principal facteur influençant la diffusion du cuivre. Des travaux supplémentaires avec des poudres alliées de compositions chimiques différentes pourrait permettre de déterminer le principal facteur influençant la diffusion du cuivre. En utilisant des poudres contenant plusieurs teneurs différentes en Mo, en Ni et en V, il devrait être possible d'évaluer l'effet de la teneur de ces différents éléments d'alliages sur la diffusion du cuivre. Une courbe d'autotrempabilité pourrait être réalisée pour chacune des poudres de compositions chimiques différentes incluant la caractérisation microstructurale de cuivre libre. Un aspect très intéressant des mélanges 58-5AJ/58-5Al est justement la pénétration complète du cuivre pour le mélange avec cuivre ajouté. Ces deux mélanges présentent des courbes d'autotrempabilité très similaires, mais il en est autrement pour la compressibilité (tableau 6.7), car le cuivre en solution solide augmente la dureté des particules. Il serait possible d'améliorer de façon importante la compressibilité d'une poudre très peu compressible comme la MP58FM₍₅₎ et ce sans impacts négatifs importants sur l'autotrempabilité en ajoutant au mélange de poudre une quantité de poudre de cuivre relativement élevée (ex. : 5%Cu). La compressibilité des différents mélanges étudiés est traitée dans la section suivante.

6.6 Effet du cuivre sur la compressibilité

Étant donné que la compressibilité des poudres autotrempantes est un des principaux facteurs à améliorer, l'effet du cuivre a été étudié sur la compressibilité. La compressibilité a été déterminée pour chacun des mélanges du tableau 6.2. Pour permettre la comparaison des différents mélanges et pour éviter l'effet d'une distribution granulométrique différente, des reconstructions granulométriques ont été réalisées pour chaque mélange. La granulométrie utilisée est celle de la poudre 1000B* dont les spécifications sont présen-

tées au tableau 4.10. Les mélanges contiennent tous, en plus du cuivre et de la poudre de base, 1% graphite et 0,75% ZnSt ajouté. L'effet des différentes méthodes d'alliage sur la compressibilité est discuté dans les sous-sections suivantes.

Étant donné les quantités importantes d'éléments d'alliage utilisées dans certains mélanges (10%Cu), il est important de mentionner que des différences aussi élevées en éléments d'alliage peuvent avoir un impact important sur la compressibilité. Notamment, deux mélanges présentant une même masse volumique, mais l'un avec 2%Cu ajouté et l'autre 10%Cu ajouté ne contiendront pas la même fraction de porosité. À densité globale égale, un échantillon produit à partir d'un mélange avec 10%Cu contiendra plus de porosité qu'un mélange à 2%Cu, car la masse volumique du cuivre est plus élevée que celle du fer. Cependant, dans ce mémoire cet effet a été négligé et les différents mélanges ont été comparés entre eux sans tenir compte de l'impact des différents éléments d'alliages sur la densité théorique maximale atteignable à 100% dense. Le tableau 6.7 présentent les valeurs de masse volumiques mesurées pour tous les mélanges étudiés ainsi que l'augmentation théorique de la masse volumique causée par la présence du cuivre.

6.6.1 Cuivre ajouté

En premier lieu, l'effet de la teneur en cuivre ajouté a été évalué. Des teneurs de 2%, 5% et 10% Cu ont été ajoutées à plusieurs poudres de base. Douze mélanges avec du cuivre ajouté ont été étudiés. Ces mélanges sont composés de trois teneurs de cuivre avec quatre poudres de base différentes (XP36SP2, MP51FM, MP52 et MP58FM₍₅₎). La figure 6.14 présente les courbes de compressibilité de ces 12 mélanges.

En analysant ces résultats, il est clair que la compressibilité d'un mélange est reliée à la teneur en cuivre ajouté. Si on analyse chaque mélange qui possède la même poudre de base, on remarque que la compressibilité augmente en fonction de l'ajout de poudre de cuivre. Comme les poudres de cuivre pures sont moins dures que les poudres de fer et

Tableau 6.7 : Masse volumique des différents mélanges alliés et ajouté à une pression appliquée de 40tsi (552 MPa)

Mélange	Masse volumique (g/cm ³) (40tsi/552MPa)			Augmentation théorique de la densité causée par le cuivre à 100% dense (g/cm ³)
	Cu ajouté (AJ)	Cu allié (AL)	Cu allié + recuit (AR)	
36-2	6,82	6,64	6,73	+0,022
36-5	6,84	6,47	-	+0,055
36-10	6,90	6,48	-	+0,110
51-2	6,82	6,62	-	+0,022
51-5	6,88	6,44	-	+0,055
51-10	6,91	6,44	-	+0,110
58-2	6,74	6,56	-	+0,022
58-5	6,78	6,19	-	+0,055
58-10	6,84	6,15	-	+0,110
52-2	6,80	6,59	6,68	+0,022
52-5	6,84	6,38	6,67	+0,055
52-10	6,90	6,28	6,74	+0,110

d'acier, il est normal d'observer ce phénomène. Les poudres de cuivre nécessitent une moins grande force pour se déformer et accommodent mieux la déformation. Il est aussi possible de voir l'effet de la composition chimique des poudres en synergie avec l'ajout du cuivre. Il a été vu précédemment que la compressibilité des poudres de base (mélange 2%Cu, 1%Gr et 0,75%ZnSt), de la meilleure à la moins bonne, sont les suivantes : XP36SP2, MP51FM, MP52 et MP58FM₍₅₎. Lorsque l'on ajoute du cuivre, la compressibilité de ces poudres augmente, mais l'ordre en fonction de la composition des poudres de base reste le même pour une teneur en cuivre particulière, que l'on ajoute 2%, 5% ou 10% de cuivre. La poudre la moins compressible (6,74g/cm³ à 40tsi/552MPa) de cette série est la MP58FM₍₅₎ à laquelle 2% de cuivre a été ajouté. Cette poudre reste la moins compressible à cause de sa teneur élevée en éléments d'alliage et en oxygène. La poudre la plus compressible (6,91g/cm³ à 40tsi/552MPa) est la MP51FM avec 10% ajouté, qui est une

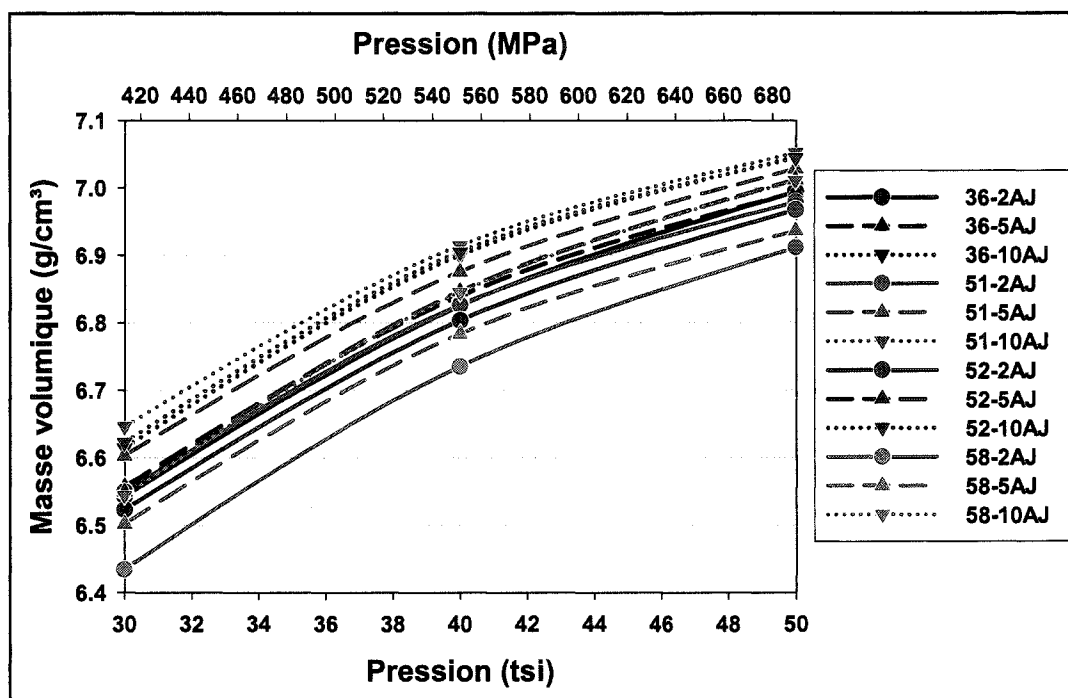


Figure 6.14 : Courbes de compressibilité des mélanges avec cuivre ajouté

poudre de base à faible taux d'oxygène et faiblement alliée. Malgré le fait que la MP51FM avec 10%Cu ajouté soit la plus compressible, la XP36SP2 + 10% Cu et la MP52 + 10% Cu présentent des compressibilités très similaires ($6,90\text{g/cm}^3$ à $40\text{tsi}/552\text{MPa}$). Le cuivre ajouté est donc bénéfique pour la compressibilité.

6.6.2 Cuivre allié

Des mélanges avec du cuivre allié aux poudres de base ont aussi été réalisés. Il y a en tout 12 mélanges dont la compressibilité a été évaluée. Les teneurs en cuivre allié sont les mêmes que les teneurs en cuivre ajouté, soit : 2%, 5% et 10% Cu. Les quatre poudres de base sont également les mêmes. La figure 6.15 présentent les courbes de compressibilité de ces 12 mélanges.

Contrairement aux mélanges avec cuivre ajouté, la compressibilité décroît avec une augmentation de la teneur en cuivre. Toutes les compressibilités des mélanges avec cuivre

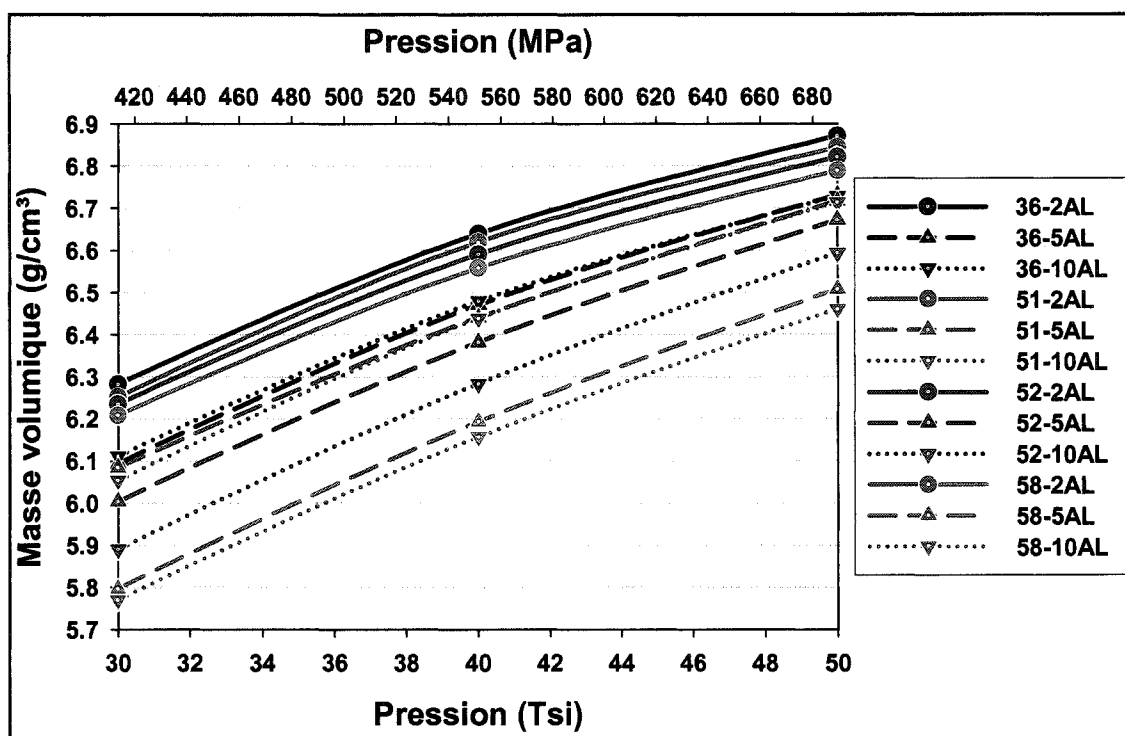


Figure 6.15 : Courbes de compressibilité des mélanges avec cuivre allié

allié sont inférieures à celle des mélanges auxquels le cuivre a été ajouté. Pour une poudre de base fixe, l'augmentation de la teneur en cuivre allié diminue la compressibilité. Les mélanges contenant 2% Cu étant les plus compressibles et les mélanges à 10% Cu sont les moins compressibles. Il est à noter cependant que pour les mélanges 36-5AL et 36-10AL, la compressibilité est presque identique et il en est de même pour les mélanges 51-5AL et 51-10AL. Une explication de cet effet pourrait être relié à la limite de solubilité du cuivre dans les poudres de fer. En effet, quoique la dureté des particules de fer et d'acier augmente avec une teneur croissante en cuivre, lorsque la limite de solubilité est atteinte, il reste une phase riche en cuivre qui est moins dure. Une augmentation de la présence de cette phase contrebalancerait l'augmentation de la dureté par solution solide. La figure 6.9 présente des micrographies des particules de poudre de la MP51FM avec 2%, 5% et 10%Cu. Il est possible de voir sur ces micrographies la présence accrue des zones riches en cuivre lorsque 10% Cu est allié. Au tableau 6.8 est indiquée la fraction de la phase riche en cuivre libre de la figure 6.9.

Tableau 6.8 : Fraction de la phase riche en cuivre

Poudre	Phase riche en cuivre (%)
51-2AL	0,4
51-5AL	1,6
51-10AL	3,9

Par ailleurs, lorsque la poudre a été broyée, les mélanges 36-10AJ et 51-10AJ présentait des morphologies anormalement arrondies. Les particules de poudres restaient prises entre les deux disques du broyeur. La présence de la phase riche en cuivre, qui est très molle, pourrait expliquer ce phénomène. La figure 6.16 illustre la morphologie particulière de ces particules arrondies. Cette morphologie particulière est un autre facteur qui

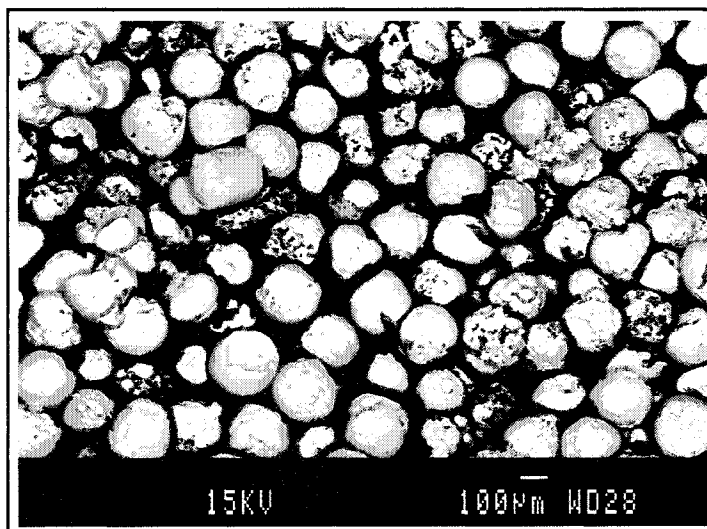


Figure 6.16 : Particules arrondies lors du broyage d'un mélange contenant 10%Cu allié

pourrait expliquer une compressibilité accrue des mélanges 36-10AL et 51-10AL. Les poudres sphériques présentent des très bonnes compressibilités, mais leur forme a un impact néfaste non négligeable sur la résistance à vert (German 1997).

À teneur de cuivre fixe, les mélanges les plus compressibles sont ceux qui sont moins alliés et qui ont un faible taux d'oxygène (XP36SP2 et MP51FM), tandis que les moins compressibles sont ceux qui contiennent beaucoup d'éléments d'alliages et un taux d'oxygène élevé (MP58FM₍₅₎).

6.6.3 Cuivre allié et recuit

Lorsque le cuivre est allié dans la poudre de fer, il s'en suit que la dureté des particules augmente par solution solide du cuivre. Lorsque le mélange est broyé à la sortie du four, la poudre broyée est durcie par consolidation. Plus le mélange est dur au départ, plus la poudre, une fois broyée, sera dure. Pour réduire cet effet durcissant de la consolidation, la poudre peut être recuite, ce qui permet à la recristallisation d'avoir lieu et ainsi diminue la dureté de la poudre. Des recuits ont été réalisés sur quatre mélanges alliés avec du cuivre (36-2AL, 52-2AL, 52-5AL et 52-10AL). La compressibilité de quatre mélanges avec cuivre ajouté, cuivre allié et cuivre allié et recuit est présenté à la figure 6.17.

On peut voir sur cette figure qu'un recuit peut améliorer de beaucoup la compressibilité des mélanges avec du cuivre allié. Les quatre poudres recuites présentent des compressibilités supérieures à toutes les poudres avec cuivre allié non recuites. Cependant, les poudres recuites présentent une compressibilité inférieure à celle des mélanges avec cuivre ajouté. La meilleure amélioration de la compressibilité obtenue provient du mélange 52-10AL-R. La compressibilité du mélange 52-10AL (6,28g/cm³ à 40tsi/552MPa) est inférieure de 0,46g/cm³ comparativement au mélange recuit 52-10AL-R (6,74g/cm³). Le mélange 52-5AL-R est en second rang pour l'amélioration de la compressibilité. Le mélange 52-5AL (6,38g/cm³ à 40tsi/552MPa) lorsque recuit 52-5AL-R (6,67g/cm³) donne un gain de 0,29g/cm³ sur la densité. Les deux autres mélanges recuits présentent des résultats semblables et le gain sur la compressibilité est plus faible, mais important. Le mélange 52-2AL lorsque recuit passe de 6,59g/cm³ à 6,68g/cm³ (gain de 0,09g/cm³) et le mélange 36-2AL passe de 6,64g/cm³ à 6,73g/cm³ (gain de 0,09g/cm³). Quoiqu'un gain de

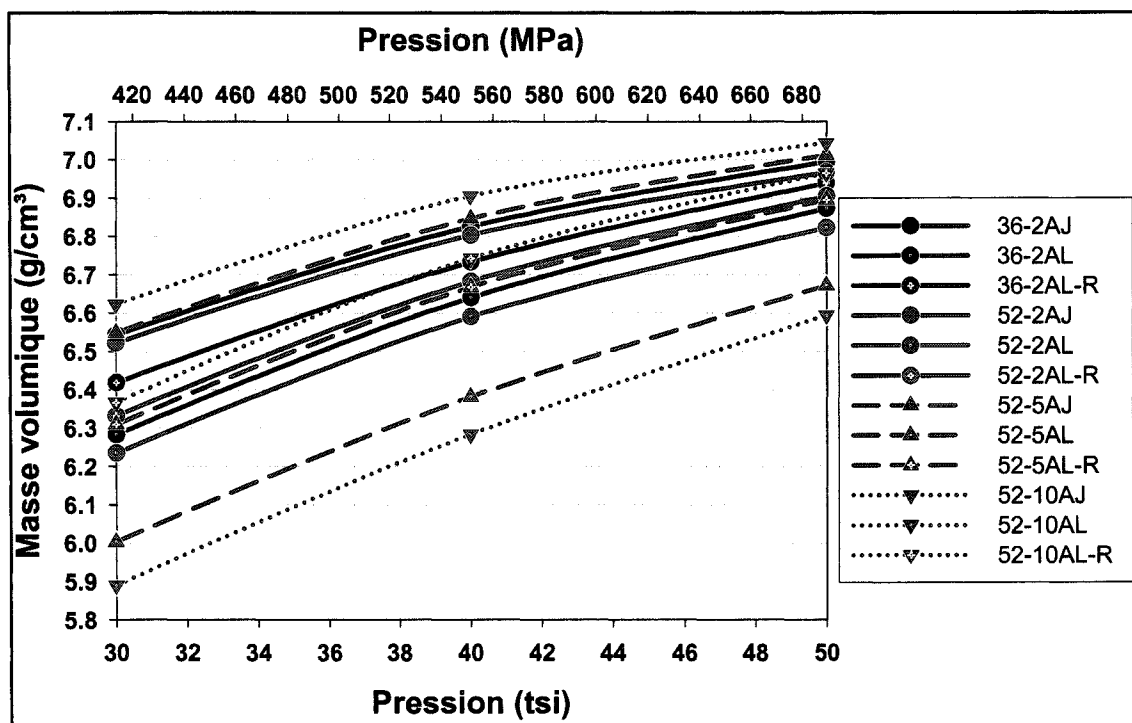


Figure 6.17 : Courbes de compressibilité des mélanges avec cuivre allié et recuits

0,09g/cm³ semble relativement faible, la compressibilité des poudres autotrempantes est un des problèmes très importants de celles-ci et un tel gain reste considérable. Lorsque l'on compare les poudres alliées et recuites avec celles dont le cuivre a été ajouté, la différence est relativement faible. Pour les mélanges 36-2AL-R/36-2AJ (6,73g/cm³ / 6,83g/cm³) et 52-2AL-R/52-AJ (6,68g/cm³ / 6,80g/cm³) la masse volumique à 40tsi (552MPa) est supérieure de 0,10g/cm³ et 0,12g/cm³ respectivement pour les mélanges avec cuivre ajouté. Pour les mélanges 52-5AL-R/52-5AJ (6,67g/cm³ / 6,85g/cm³) et 52-10AL-R/52-10AJ (6,74g/cm³ / 6,91g/cm³) la masse volumique à 40tsi (552 MPa) est supérieure de 0,18g/cm³ et de 0,17g/cm³ respectivement en faveur des mélanges avec cuivre ajouté. Les différences de compressibilité entre les mélanges avec cuivre ajouté et ceux alliés-recuits est non négligeable, mais comparativement à la différence cuivre ajouté et allié non recuits (différences variant de 0,19g/cm³ à 0,63g/cm³), le gain est relativement appréciable. Le recuit sur les poudres avec cuivre allié confère de bons résultats de compressibilités, mais

il serait intéressant d'évaluer l'autotrempabilité des poudres recuites afin de voir si elles sont aussi autotrempantes que les poudres alliées non recuites.

6.7 Synthèse des résultats des poudres au cuivre

L'effet du cuivre et des techniques d'alliages du cuivre ont été étudiés sur plusieurs aspects des poudres et échantillons frittés contenant du cuivre. La compressibilité, l'autotrempabilité, le cuivre allié, le cuivre ajouté, etc. sont quelques un des facteurs étudiés. Le tableau 6.9 présente les résultats pour tous les aspects étudiés en fonction du cuivre. À partir de ces résultats, il est possible de tirer quelques relations entre les différentes propriétés des poudres et des échantillons. Les figures 6.18 a) et b) présentent respectivement la microdureté en fonction de la compressibilité à 40 tsi (552 MPa) et la microdureté en fonction du taux critique de refroidissement à 0,8 de dureté relative.

La figure 6.18 a) montre la relation existant entre la microdureté des particules de poudre alliées en fonction de la densité apparente. En tenant compte des erreurs expérimentales, une relation linéaire peut bien modéliser la relation existant entre ces 2 paramètres. L'équation 6.3 présente une fonction modélisant cette droite.

$$\rho_{40tsi} = -(6,23 \times 10^{-3}) \times \mu_d + 7,64 \quad (6.3)$$

ρ_{40tsi} : Masse volumique (g/cm³)
à 40tsi

μ_d : Microdureté des particules (HV)

Cette équation n'est valable que pour les poudres alliées au cuivre et pour des microduretés variant de 160 HV à 240 HV.

A circular diagram showing the distribution of 1000 respondents by age group. The diagram is divided into segments representing different age ranges, with the largest segment being 18-24 years old.

Mélange (1% graphite et 0,75% de stéarate de zinc ont été ajoutés au mélanges)				Propriétés des poudres			Propriétés des échantillons frittés 1120°C, ½h, NH3 dissocié	
Désignation	Poudre de base	% Cu	Méthode d'alliage du cuivre	Microd. (HV)*	Cu libre (%)	Compress. (40 tsi/ 552 MPa) (g/cm³)	Cu libre (%)	Taux critique à 0,8 de dureté relative (°C/min)
36-2AJ	XP36SP2	2	Ajouté	155 ± 18	-	6,82	-	91
36-2AL	XP36SP2	2	Allié	160 ± 12	-	6,64	-	64
36-2AR	XP36SP2	2	Allié + recuit	-	-	6,73	-	-
36-5AJ	XP36SP2	5	Ajouté	155 ± 18	-	6,84	-	-
36-5AL	XP36SP2	5	Allié	189 ± 31	-	6,47	-	-
36-10AJ	XP36SP2	10	Ajouté	155 ± 18	-	6,90	4,5	73
36-10AL	XP36SP2	10	Allié	209 ± 25	-	6,48	3,0	12
51-2AJ	MP51FM	2	Ajouté	170 ± 11	-	6,82	-	48
51-2AL	MP51FM	2	Allié	171 ± 8	0,2	6,62	-	37
51-5AJ	MP51FM	5	Ajouté	170 ± 11	-	6,88	1,8	43
51-5AL	MP51FM	5	Allié	184 ± 21	0,5	6,44	0,0	11
51-10AJ	MP51FM	10	Ajouté	170 ± 11	-	6,91	-	-
51-10AL	MP51FM	10	Allié	-	2,1	6,44	-	-
58-2AJ	MP58FM ₍₅₎	2	Ajouté	169 ± 7	-	6,74	-	35
58-2AL	MP58FM ₍₅₎	2	Allié	171 ± 19	-	6,56	-	-
58-5AJ	MP58FM ₍₅₎	5	Ajouté	169 ± 7	-	6,78	0,1	21
58-5AL	MP58FM ₍₅₎	5	Allié	205 ± 36	-	6,19	0,0	21
58-10AJ	MP58FM ₍₅₎	10	Ajouté	169 ± 7	-	6,84	-	-
58-10AL	MP58FM ₍₅₎	10	Allié	277 ± 44	-	6,15	-	-
52-2AJ	MP52	2	Ajouté	-	-	6,80	-	70
52-2AL	MP52	2	Allié	166 ± 14	-	6,59	-	41
52-2AR	MP52	2	Allié + recuit	-	-	6,68	-	-
52-5AJ	MP52	5	Ajouté	-	-	6,84	1,2	41
52-5AL	MP52	5	Allié	176 ± 34	-	6,38	0,0	13
52-5AR	MP52	5	Allié + recuit	-	-	6,67	-	-
52-10AJ	MP52	10	Ajouté	-	-	6,90	-	-
52-10AL	MP52	10	Allié	212 ± 40	-	6,28	-	-
52-10AR	MP52	10	Allié + recuit	-	-	6,74	-	-

* L'erreur spécifiée sur les mesures de microduretés correspond à l'écart-type

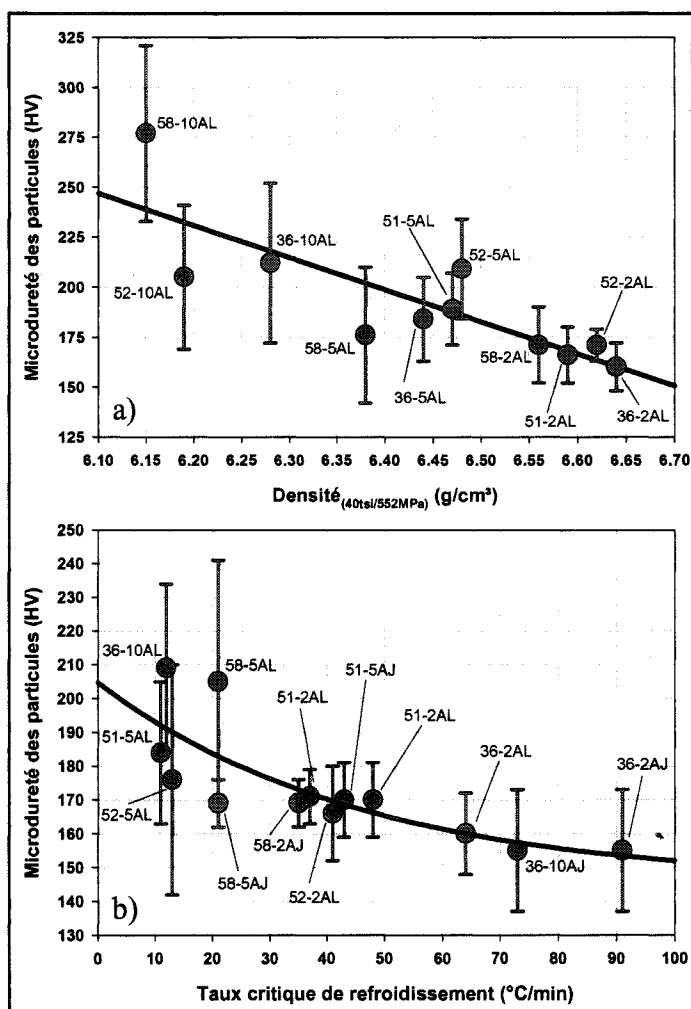


Figure 6.18 : Microdureté en fonction du taux critique de refroidissement et de la densité à 40 tsi

La figure 6.18 b) montre la relation entre la microdureté des particules de poudre et le taux critique de refroidissement. Le taux critique (T_c) utilisé est celui défini dans la section 6.4.2 et présenté au tableau 6.4. L'équation 6.4 présente une fonction modélisant cette courbe.

$$T_c = \left(\frac{\ln\left(\frac{\mu_d - 145,2353}{59,4677}\right)}{-0,0217} \right) \quad (6.4)$$

T_c : Taux critique de refroidissement ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)

μ_d : Microdureté (HV)

Cette relation n'est valable que pour les poudres utilisées (36-2AL, 36-5AL, 36-10AL, 51-2AL, 52-5AL, 52-2AL, 52-5AL, 52-10AL, 58-2AL, 58-5AL et 58-10AL) et pour des valeurs de microdureté allant de 153 HV à 193 HV.

Il est possible également de relier le % de cuivre allié et ajouté en fonction de la densité. La figure 6.19 présente la densité des différents mélanges auxquels du cuivre a été ajouté ou allié en fonction du % de cuivre. Les différentes courbes de cette figure peuvent être

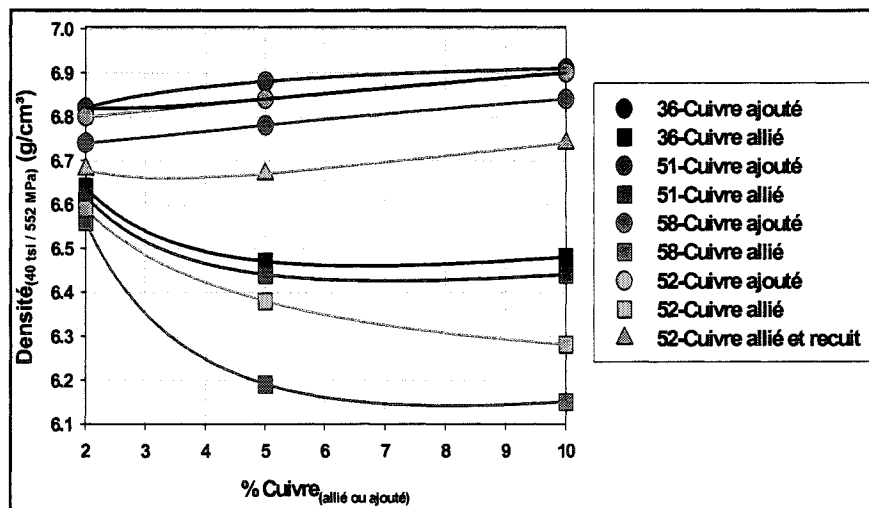


Figure 6.19 : Modélisation de la densité apparente en fonction de la teneur en cuivre allié ou ajouté

modélisées à l'aide d'une fonction logarithmique semblable à l'équation 6.5.

$$\rho = A + [B \times \ln(\%Cu)] + [C \times (\ln(\%Cu))^2] \quad (6.5)$$

ρ : densité à 40 tsi (g/cm³)
 $\%Cu$: % poids de cuivre ajouté ou allié

Le tableau 6.10 présente les différents paramètres A, B et C de cette équation pour les différents mélanges dont nous avons étudié la compressibilité. Ce modèle ne peut être utilisé

Tableau 6.10 : Paramètres de l'équation 6.5 pour modéliser la densité en fonction du % de cuivre présent dans le mélange ou la poudre. Le pourcentage de cuivre pour lequel ces paramètres sont valides est entre 2 et 10%

Mélange	A	B	C
36-AJ	6,850	-0,071	0,040
36-AL	6,907	-0,472	0,124
51-AJ	6,759	0,097	-0,014
51-AL	6,892	-0,477	0,122
58-AJ	6,739	-0,018	0,027
58-AL	7,080	-0,899	0,215
52-AJ	6,799	-0,018	0,027
52-AL	6.808	-0,351	0,053
52-AR	6,765	-0,171	0,070

que pour des teneurs de cuivre comprises entre 2% et 10%. Il pourrait être intéressant de déterminer la compressibilité de ces mélanges avec aucun ajout de cuivre. Il serait alors peut-être possible d'unifier les équations pour le cuivre ajouté avec celles pour le cuivre allié et allié-recuit.

Après avoir étudié la compressibilité et l'autotrempabilité de tous ces mélanges, il peut être intéressant de discuter des mélanges qui présentent les meilleurs compromis entre ces deux propriétés. Comme mentionné précédemment, la compressibilité des poudres autotrempantes est une des propriétés importantes à considérer. Dans les sections précédentes,

nous avons vu que l'addition de cuivre allié et ajouté (5% et 10%) améliore l'autotrempabilité de plusieurs poudres (XP36SP2, MP51FM et MP52).

Tout d'abord, voici un bref résumé des propriétés initiales des quatre poudres de base pour un mélange standard (2%Cu ajouté et 1%Gr). Le mélange 58-2AJ est le plus trempant ($T_c = 35^\circ\text{C/min}$), suivie du 51-2AJ ($T_c = 35^\circ\text{C/min}$) tandis que pour la poudre de référence 52-2AJ, $T_c = 70^\circ\text{C/min}$. En ce qui a trait à la compressibilité, les mélanges de poudre les plus compressibles sont le 36-2AJ et le 51-2AJ ($6,82\text{g/cm}^3$), suivi du mélange de poudre de référence 52-2AJ ($6,80\text{g/cm}^3$) et finalement le mélange 58-2AJ ($6,74\text{g/cm}^3$).

Le but de l'étude des mélanges de cuivre était d'améliorer la compressibilité tout en gardant une bonne trempabilité. Les mélanges contenant 10%Cu présentent des propriétés intéressantes, notamment lorsque le cuivre est ajouté (bonne compressibilité, $6,84$ à $6,91\text{g/cm}^3$, et bonne trempabilité, 73°C/min pour la 36-10AJ). Cependant, des quantités élevées de cuivre confèrent aux mélanges certains désavantages comme une diminution de la dureté maximale pouvant être atteinte (32-33 HRC comparativement à 40 HRC pour 2%Cu), ainsi qu'une augmentation des coûts en élément d'alliage. C'est pour ces deux raisons que les mélanges avec 2%Cu et 5%Cu seront comparés davantage pour aux mélanges de base.

Premièrement, en considérant les mélanges dont nous connaissons le taux critique de refroidissement, les mélanges 51-5AJ et 52-5AJ présentent de meilleures compressibilités ($6,88\text{g/cm}^3$ et $6,84\text{g/cm}^3$) que les meilleurs mélanges de base 36-2AJ et 51-2AJ ($6,82\text{g/cm}^3$). De plus les mélanges 51-5AJ et 52-5AJ présentent des taux critiques analogues (43°C/min et 41°C/min) à celui de la 58-2AJ (35°C/min).

Deuxièmement, si on considère les mélanges dont l'autotrempabilité n'a pas été évaluée, le mélange 36-5AJ présente une bonne compressibilité ($6,84\text{g/cm}^3$). Il serait raisonnable de croire, en comparant avec la trempabilité des différents mélanges 51-(2, 5, 10; AJ, AL),

que la trempabilité du mélange 36-5AJ soit supérieure ou égale à celle du mélange 52-2AJ ($T_c = 70^\circ\text{C}/\text{min}$). Le mélange 51-2AL présente une bonne autotrempabilité ($T_c = 37^\circ\text{C}/\text{min}$), cependant sa compressibilité est plutôt faible ($6,62\text{g}/\text{cm}^3$). En supposant qu'un mélange de type 51-2AR ait une autotrempabilité semblable au mélange 51-2AL, il devrait être possible d'atteindre de meilleures compressibilités. Comme la compressibilité des mélanges à base de XP36SP2 est analogue à celle de la MP51FM, on pourrait estimer la compressibilité du mélange 51-2AR en comparant avec les mélanges 36-2AL et 36-2AR. La compressibilité estimée du 51-2AR devrait être environ $6,72\text{g}/\text{cm}^3$. Le mélange 51-2AR présenterait alors des résultats semblables au 58-2AJ, mais le coût des éléments d'alliage pour le 51-2AR ($1,3\%\text{Mo} + 2\%\text{Cu}$) est inférieur à celui du 58-2AJ ($1,3\%\text{Mo} + 0,5\%\text{Ni} + 0,55\%\text{V} + 2\%\text{Cu}$).

6.8 Conclusion

Dans ce chapitre, l'effet du cuivre et de la technique d'ajout de celui-ci ont été étudiés sur l'autotrempabilité et la compressibilité. Quatre poudres de base ont été utilisées pour l'élaboration des mélanges soit : XP36SP2, MP51FM, MP52 et MP58FM₍₅₎. Trois teneurs de cuivre ont été étudiées, 2% Cu, 5% Cu et 10% Cu. Deux techniques d'ajout du cuivre ont été étudiées : le cuivre ajouté et le cuivre allié dans la poudre de base. En tout, 28 mélanges ont été élaborés et étudiés. La compressibilité a été mesurée sur la totalité de ces mélanges, alors que l'autotrempabilité de 15 mélanges a été caractérisée.

Tout d'abord, en ce qui concerne l'autotrempabilité, il a été vu que la technique d'ajout du cuivre peut avoir un impact important sur le taux critique de refroidissement des poudres autotrempantes. Lorsque le cuivre est allié, les poudres sont plus autotrempantes que lorsque le cuivre est ajouté. L'amélioration de l'autotrempabilité lorsque le cuivre est allié dépend de la teneur en cuivre allié (2% Cu, 5% Cu ou 10% Cu) et de la teneur des différents éléments d'additions pré-alliés dans la poudre de base (%Mo, %Ni et %V). Plus la teneur en cuivre augmente, plus l'autotrempabilité du mélange est élevée (ex. : 36-2AL, 56°C/min, 36-10AL, 10°C/min; 52-2AL, 34°C/min, 52-5AL, 13°C/min). Avec 5%Cu et 10%Cu allié, le taux critique se rapproche de la MP55 ($T_c = 14^\circ\text{C/min}$), qui est considérée comme une poudre très trempante. L'impact de la teneur en cuivre allié est plus important pour les poudres faiblement alliées ou alliées principalement avec du molybdène (XP36SP2, MP51FM) que pour les poudres fortement pré-alliées (MP58FM₍₅₎), qui présentent peu de gain sur l'autotrempabilité (58-5AL, 19°C/min). L'effet du cuivre allié sur la MP52 est également important. En ce qui concerne les poudres avec cuivre ajouté, l'impact de la teneur en cuivre est beaucoup moins important sur l'autotrempabilité (36-2AJ, 71°C/min, 36-10AJ, 53°C/min; 52-2AJ, 49°C/min, 52-5AJ, 33°C/min). Ceci est dû au fait que lorsque le cuivre est ajouté, il pénètre moins profondément et en moins grande quantité dans les particules de poudres d'acier. Si le temps de frittage était suffisamment long ou la température de frittage était suffisamment élevée et que le cuivre ajouté dif-

fusait au même niveau que le cuivre allié, la différence d'autotrempabilité entre les poudres avec cuivre allié et cuivre ajouté devrait être négligeable.

L'effet de l'augmentation de l'autotrempabilité lorsque le cuivre est allié provient du fait que le cuivre pénètre plus profondément et en plus grande quantité dans les particules de poudre de fer. La poudre MP51FM avec du cuivre allié est la seule qui a été caractérisée pour 2%Cu, 5%Cu et 10%Cu allié. Pour 2%Cu allié, la distance de pénétration varie de 0 à 20µm, à 5%Cu allié, la distance de pénétration varie de 0 à 25µm et pour 10%Cu allié, la distance de pénétration varie de 0 à 30µm. La teneur en cuivre pénétré dans les particules est d'environ 1% à 2% (2%Cu allié) et peut aller jusqu'à 5% - 6% lorsque 5%Cu ou 10%Cu sont allié. Cependant, la composition des poudres (les éléments d'alliages pré-alliés), semble avoir un effet sur la diffusion du cuivre dans les particules de poudres (figure 6.13). Une caractérisation complète sur la diffusion du cuivre de la XP36SP2, la MP52 et la MP58FM₍₅₎ seraient nécessaire pour voir l'effet des éléments d'alliage pré-alliés sur la diffusion du cuivre. Le cuivre est un élément qui agit sensiblement comme le nickel sur l'autotrempabilité (ASM Handbook 1990). Les observations et analyses réalisées au MEB ont montré que dans les échantillons composés de poudres alliées au cuivre, la présence de zones riches en cuivre sont moins nombreuses que lorsque le cuivre est ajouté. Pour les poudres principalement pré-alliées au molybdène, l'impact de la présence du nickel et du cuivre accroît la performance du molybdène sur l'autotrempabilité (ASM Handbook 1990).

L'effet du cuivre sur la compressibilité a été étudié sur tous les mélanges du tableau 6.2. Comme mentionné précédemment, le cuivre allié a un impact important sur l'autotrempabilité des poudres autotrempantes, particulièrement pour les poudres contenant majoritairement du molybdène (XP36SP2 et MP51FM) et pour la MP52 également. Cependant, l'impact du cuivre allié est néfaste sur la compressibilité des mélanges. Plus la teneur en cuivre est élevée, plus la compressibilité diminue (36-2AL, 6,64g/cm³; 36-10AL, 6,48 g/cm³ à 40tsi/552MPa). Lorsque le cuivre est ajouté on obtient l'inverse, plus la teneur en

cuiivre est élevée, plus la compressibilité augmente (36-2AJ, 6,83g/cm³; 36-10AJ, 6,90 g/cm³ à 40tsi/552MPa). Des traitements thermiques de recuit ont été réalisés sur quelques mélanges alliés avec du cuiivre (36-2AR, 52-2AR, 52-5AR et 52-10AR). Ces recuits avaient pour but de diminuer la dureté des particules de poudre avec du cuiivre allié. D'excellents résultats ont été obtenus sur la compressibilité des poudres alliées. Dans le meilleur cas (52-10AL/52-10AR) un gain de 0,46g/cm³ (40tsi/552MPa) sur la densité à été obtenu et dans le pire des cas (52-2AL/52-2AR; 36-2AL/36-2AR) c'est un gain de 0,09g/cm³. Le recuit est donc un excellent moyen pour améliorer la compressibilité lorsque du cuiivre est allié dans une poudre. Aucun essai d'autotrempabilité n'a été réalisé sur les mélanges recuits, mais tout porte à croire que les résultats soient semblables aux mélanges non recuits. Des essais d'autotrempabilité sur les poudres recuites seraient très intéressants à réaliser. Il nous a été possible de relier plusieurs paramètres à l'aide de relations mathématiques. Parmi ces relations, on retrouve la microdureté des particules en fonction de la densité, la microdureté des particules en fonction du taux critique, la densité en fonction de la teneur en cuiivre ajouté ou allié et toutes les courbes d'autotrempabilité.

Finalement, parmi tous les mélanges étudiés, plusieurs mélanges présentent une bonne alternative aux mélanges standard avec 2%Cu ajouté (ex. 52-2AJ, 6,80g/cm³, 70°C/min). Les mélanges les plus intéressants le 51-5AJ et 52-5AJ présentent des compressibilités supérieures (6,88g/cm³ et 6,84g/cm³) aux mélanges standards et une autotrempabilité élevée ($T_c = 43^\circ\text{C/min}$ et 41°C/min). Quoique que nous n'ayons pas toutes les valeurs de compressibilité ou d'autotrempabilité, les mélanges 36-5AJ et 51-2AR semblent présenter également de bons résultats. La compressibilité du mélange 36-5AJ est de 6,84g/cm³ et le taux critique estimé se situerait entre 40°C/min et 70°C/min. La compressibilité estimée du mélange 51-2AR serait d'environ 6,72g/cm³ alors que son taux critique se situerait à environ 40°C/min.

CHAPITRE 7 : PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

7.1 Introduction

Un des aspects importants pour lequel les poudres autotrempantes sont utilisées est pour l'obtention d'une microstructure martensitique/bainitique lors du refroidissement. Ces microstructures confèrent des propriétés mécaniques élevées aux pièces fabriquées avec des poudres autotrempantes. De bonnes propriétés mécaniques sont essentielles lorsqu'il s'agit de pièces sollicitées mécaniquement. Certains mélanges de poudres ont été développés et élaborés à partir des nouvelles poudres expérimentales. La résistance à la traction, la dureté, ainsi que la ténacité ont été évaluées pour ces mélanges expérimentaux. Au tableau 7.1 sont présentées les compositions chimiques de tous ces mélanges. Dans ce tableau, l'identification du mélange est composé d'un nombre unique en fonction de la composition de la poudre et du mélange. Si le nombre est suivi d'un B, la microstructure est bainitique, sinon elle est martensitique. Si l'identification du mélange contient un R, un revenu a été effectué sur les éprouvettes à 204°C pendant 1h, à l'exception où l'identification contient HT, dans lequel cas le revenu a été effectué à 482°C pendant 1h. Les valeurs brutes de ténacité, de dureté et de résistance à la traction ont été étudiées dans les premières sections.

7.2 Ténacité

La ténacité a été évaluée pour tous les mélanges du tableau 7.1. Des éprouvettes ont été pressées à une masse volumique de 6,8g/cm³ et frittées dans le four de laboratoire chez Domfer. Ensuite les éprouvettes ont été austénitisées à 1120°C et autotrempées dans le four tubulaire sous N₂ à l'École Polytechnique. Étant donné la variabilité des mélanges en ce qui concernent les additifs (nickel et cuivre), la masse volumique des échantillons frit-

Tableau 7.1 : Composition chimique des mélanges utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques

Identification	Poudre de base	Modification de la poudre de base	Additifs		% C fritté	Traitement thermiques
			% Cu	% Ni		
P01-R	MP51FM		2		0,8	Trempé
P02-R			2		0,6	Trempé
P03-R	MP59FM		2		0,6	Trempé
P04-R	MP52FM		2		0,6	Trempé
P05-R	MP58FM ₍₅₎		2		0,8	Trempé
P06				2	0,6	Trempé
P06-R				2	0,6	Trempé
P06-R-HT				2	0,6	Trempé
P06B				2	0,6	Bainitique
P06B-R				2	0,6	Bain. rev
P06B-R-HT				2	0,6	Bain. rev
P07-R				2	0,8	Trempé
P08	MP52FM			2	0,6	Trempé
P08-R				2	0,6	Trempé
P08-R-HT				2	0,6	Trempé
P08B				2	0,6	Bainitique
P08B-R				2	0,6	Bain. rev
P08B-R-HT				2	0,6	Bain. rev
P09-R				2	0,8	Trempé
P10-R	MP51FM	2% Cu allié			0,6	Trempé
P11-R			10		0,6	Trempé
P12-R	MP52	2% Cu allié			0,6	Trempé
P13-R		10% Cu allié			0,6	Trempé
P14-R			10		0,6	Trempé
P15-R			2		0,8	Trempé
P16-R			2		0,6	Trempé
P17-R	XP36SP2	10% Cu allié			0,6	Trempé

tés varie également ($6,57\text{g/cm}^3$ à $6,78\text{g/cm}^3$). Cette variabilité importante de la masse volumique a fait que les valeurs brutes des propriétés mécaniques, ainsi que les valeurs normalisés ont été étudiées.

La microstructure visée pour la plupart de ces mélanges était une structure totalement martensitique. Cependant, étant donnée la capacité relativement limitée du montage expérimental, peu de mélanges présentent une microstructure totalement martensitique. Néanmoins, les microstructures sont composées d'un minimum de 75% de martensite. Des traitements analogues à des traitements isothermes ont été élaborés pour l'obtention d'une microstructure bainitique pour tous les mélanges P06B et P08B. Ces traitements consistent en une austénitisation à 1120°C , suivi d'un refroidissement lent jusqu'à $\approx 430^\circ\text{C}$ et un maintien à $\approx 450^\circ\text{C}$ pendant 25min. La microstructure de ces éprouvettes présente moins de 30% de martensite. Le tableau 7.2 donne la microstructure pour chaque mélange dont la ténacité a été évaluée, les duretés avant et après le revenu et les densités frittées sont également présentées. À la figure 7.1 sont présentés les résultats de ténacité de tous les mélanges sous formes d'histogramme.

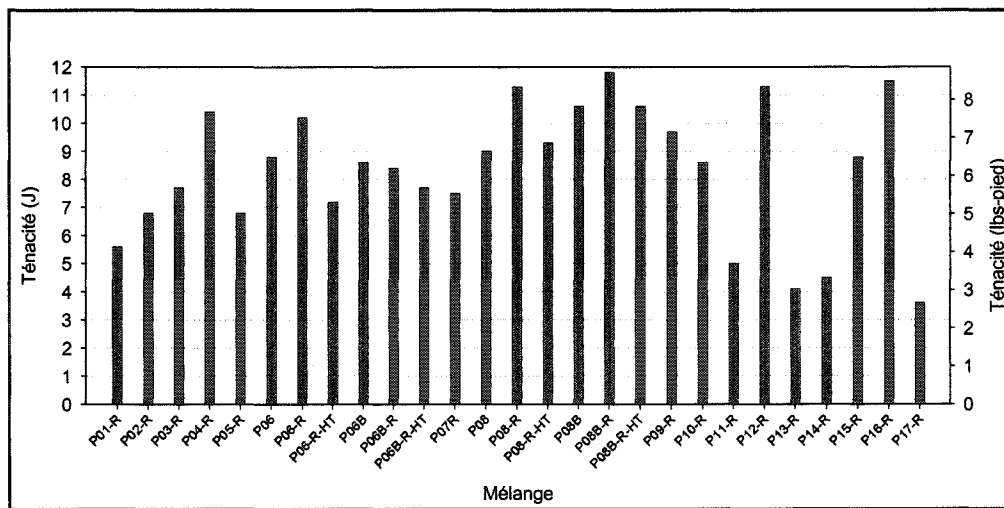


Figure 7.1 : Valeurs de ténacités

Tableau 7.2 : Valeurs de dureté et ténacité

Mélange	Dureté (HRC)		Ténacité (J)	Microstructure (normalisé sans la porosité)			Masse vol. des éch. frittés (g/cm³)
	Avant revenu	Après revenu		Cuivre libre	Mart.	Bainite et Perlite	
P01-R	38,9	37,3	5,6		92	8	6,60
P02-R	35,4	33,1	6,8		90	10	6,63
P03-R	33,3	31,2	7,7		91	9	6,63
P04-R	34,7	33,1	10,4		90	10	6,71
P05-R	40,3	37,4	6,8		87	13	6,60
P06	35,7	N/A	8,8		77	23	6,73
P06-R	37,2	34,3	10,2		83	17	
P06-R-HT	N/D	20,1	7,2		81	19	
P06B	12,9	N/A	8,6		28	72	
P06B-R	N/D	9,5	8,4		16	84	
P06B-R-HT	N/D	8,7	7,7		20	80	
P07R	42,2	39,9	7,5		89	11	6,74
P08	35,1	N/A	9,0		82	18	6,78
P08-R	34,3	32,9	11,3		81	19	
P08-R-HT	N/D	17,1	9,3		97	3	
P08B	8,2	N/A	10,6		19	82	
P08B-R	N/D	6,1	11,8		20	80	
P08B-R-HT	N/D	3,8	10,6		21	79	
P09-R	42,7	39,6	9,7		100	0	6,78
P10-R	35,3	33,4	8,6		87	13	6,66
P11-R	27,7	22,2	5,0	4	96	0	6,57
P12-R	38,3	35,6	11,3		94	6	6,77
P13-R	33,3	31,9	4,1	3	96	1	6,72
P14-R	25,4	23,0	4,5	6	91	3	6,65
P15-R	41,3	38,8	8,8		94	6	6,69
P16-R	36,6	34,9	11,5		89	11	6,72
P17-R	28,3	26,2	3,6	4	91	4	6,62

Parmi tous ces résultats, il est possible d'identifier les mélanges présentant les meilleures valeurs de ténacité, ainsi que les plus faibles. Les mélanges qui présentent les meilleures valeurs de ténacité ($> 11\text{J}$) sont le P08-R (11,3J), le P08B-R(11,8J), le P12-R (11,3J) et le P16-R (11,5J). Ces mélanges sont tous constitués de poudre de MP52/MP52FM, ont tous subi un traitement thermique de revenu et ils ont tous une teneur en carbone de 0,6%. Parmi ces quatre mélanges, les deux premiers ont 2% nickel ajouté, le troisième 2% Cu allié et le dernier 2% Cu ajouté, ce qui ne permet pas à priori de voir un effet particulier des éléments ajoutés, ainsi que la technique d'alliage du cuivre. Parmi ces quatre mélanges, seul le P08B-R présente une structure majoritairement bainitique, les autres mélanges présentent une structure majoritairement martensitique.

Les mélanges composant la deuxième série présentant les meilleurs résultats de ténacité ($> 10\text{J}$ et $< 11\text{J}$) sont le P04-R (10,4J), le P06-R (10,2J), le P08B (10,6J) et le P08B-R-HT (10,6J). Ces mélanges sont presque tous constitués de MP52/MP52FM, à l'exception du mélange P06-R qui est constitué de MP58FM₍₅₎ comme poudre de base. Ces mélanges contiennent tous 0,6%C. Seul le mélange P08B n'as pas subi de revenu. Les mélange P04-R contient du cuivre ajouté, tandis que les trois autres contiennent du nickel ajouté. Les deux premiers mélanges présentent des microstructures bainitiques et les deux derniers présentent des microstructures plutôt martensitiques.

Les mélanges composant la troisième série présentant les meilleurs résultats de ténacité ($> 9\text{J}$ et $< 10\text{J}$) sont le P08 (9,0J), le P08-R-HT (9,3J) et le P09-R (9,7J). Tous ces mélanges sont composés de MP52/MP52FM comme poudre de base. Ils contiennent une teneur de 0,6% C, contiennent du nickel ajouté et une microstructure plutôt martensitique. Le premier mélange de cette série est le seul à ne pas être revenu.

Il est possible à partir de l'analyse de ces trois séries d'identifier les paramètres qui favorisent de bonnes ténacités. Tout d'abord, la MP52/M52FM semble être la poudre qui présente les meilleures résultats de ténacité. Sur les 11 meilleurs mélanges, 10 de ceux-ci

contiennent de la MP52/MP52FM. Aucun mélange contenant 0,8%C n'est présent dans ces séries, ils contiennent tous 0,6%C. Parmi les 11 mélanges, 8 contiennent 2% nickel ajouté. Le nickel semble donc un paramètre qui favorise une ténacité élevée. Son action vient principalement du fait que le nickel confère une densité plus élevée comparative-ment à des mélanges contenant du cuivre. Contrairement au cuivre, le nickel ne fond pas aux températures de frittage usuelles (1120°C). Le nickel diffuse lentement dans les particules de poudres et laisse souvent derrière lui une zone riche en nickel et de petites porosités. Ces petites porosités peuvent être refermées lors du frittage aidant à l'augmentation de densité. Cependant, le cuivre fond à 1120°C et diffuse par capillarité dans les plus petits pores laissant derrière de gros pores qui ne peuvent être éliminés lors du frittage. Également, comme le cuivre liquide diffuse relativement rapidement, il a tendance à pénétrer les joints de grains et ainsi favoriser un accroissement de la densité volumique. De plus, les échantillons contenant du nickel, présentent souvent des zones riches en nickel qui peuvent être bénéfiques pour la ténacité. Également, un revenu semble augmenter la ténacité des mélanges. Sur les 11 meilleurs mélanges, sept ont été revenus à 204°C et deux ont été revenus à 482°C. Quoique le meilleur résultat ait été obtenu pour une microstructure bainitique (P08B-R, 11,8J), les microstructures martensitiques donnent des résultats équivalents (P12-R, P08-R; 11,3J).

Il est possible également d'analyser les mélanges présentant les résultats de ténacité les plus faibles. Les mélanges P11-R (5,0J), P13-R (4,1 J), P14-R (4,5J) et P17-R (3,6J) sont ceux qui présentent les résultats les plus faibles de ténacité. Le point commun de ces mélanges est le taux élevé en cuivre (10%Cu). Lorsque le cuivre est allié (P13-R/P17-R) la ténacité semble légèrement plus faible que lorsque le cuivre est ajouté. Ces faibles résultats pourraient provenir du fait que le cuivre ait tendance à diminuer la masse volumique des échantillons lorsqu'il pénètre à l'intérieur de la poudre. D'ailleurs, la densité est de 6,57g/cm³ et 6,65g/cm³ respectivement pour les mélanges P11-R et P14-R auxquels 10%Cu avait été ajouté. De plus, lorsque le cuivre fond, il a tendance à laisser de grosses porosités, ce qui pourrait expliquer la diminution de la ténacité. À la figure 7.2 sont pré-

sentées des micrographies des échantillons de MP51FM contenant une teneur en cuivre de 2% et 10%.

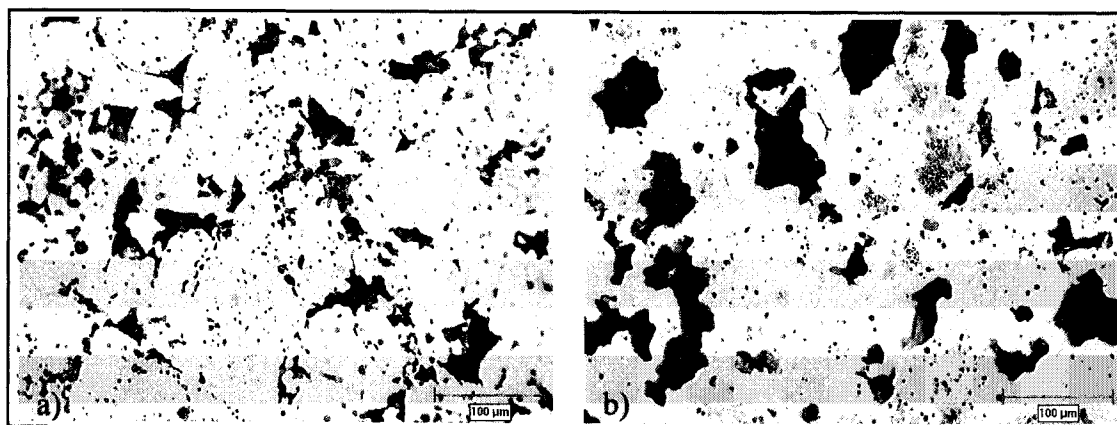


Figure 7.2 : Micrographies des échantillons de MP51FM contenant 2% (a) et 10% (b) de cuivre ajouté

Sur les micrographies de la figure 7.2 l'effet de la teneur en cuivre sur la porosité est très évident. Lorsque la teneur en cuivre est élevée (figure 7.2 b), la taille moyenne de la porosité est plus élevée ($\approx 30\mu\text{m}$ 7.2a) et $\approx 60\mu\text{m}$ 7.2b)). Ce phénomène s'explique par le fait qu'au départ, la pièce avant frittage, présente un volume plus important de cuivre. Lors du frittage, le cuivre fond et par capillarité il remplit les plus petits pores, du même coup laissant derrière lui de gros pores. Le cuivre diffuse ensuite à l'intérieur des particules de fer, accentuant ainsi la présence de gros pores. Ces gros pores sont évidemment néfastes sur les propriétés mécaniques, ce qui explique la faible ténacité des échantillons contenant 10% Cu.

À la figure 7.3 est présenté l'effet de plusieurs paramètres sur la ténacité. Il y a un graphique pour chacun des paramètres étudiés. Il est possible de voir sur cette figure l'effet du % carbone, l'effet de l'élément d'alliage ajouté, l'effet sur la teneur en cuivre, l'effet sur la technique d'alliage du cuivre, l'effet d'un revenu sur des structures martensitiques et bainitiques et l'effet de l'ajout de sulfures de manganèse pré-alliés.

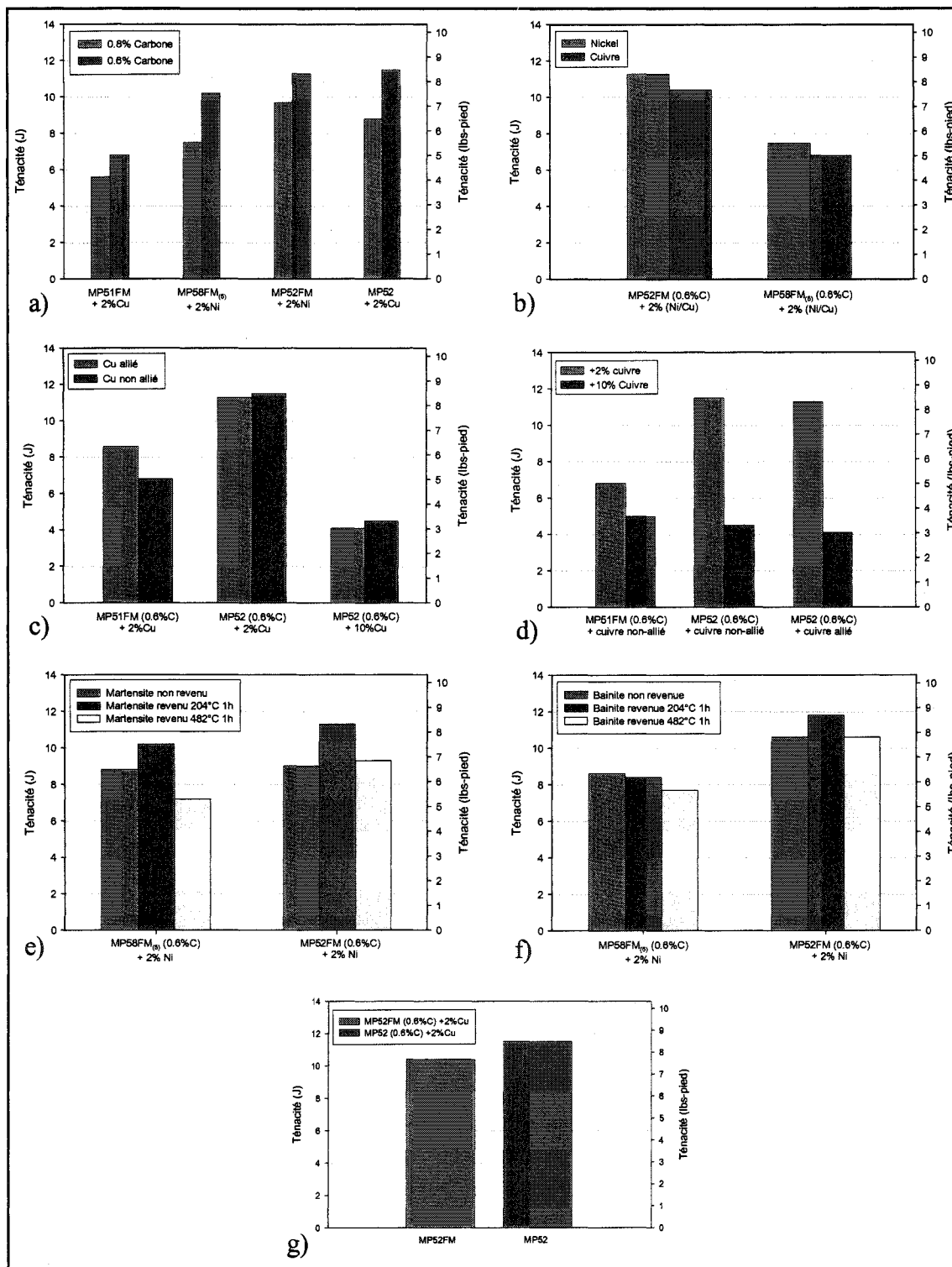


Figure 7.3 : Effets de différents paramètres sur la ténacité

La figure 7.3 a) montre l'effet du %C sur la ténacité de plusieurs mélanges. Deux pourcentage de carbone ont été étudiés : 0,6%C et 0,8%C. Sur les quatre mélanges dont l'effet du carbone a été étudié, tous les résultats montrent qu'une teneur de 0,6%C améliore la ténacité comparativement à une teneur de 0,8%C. Le mélange donnant le meilleur résultats (MP52 + 2%Cu ajouté) passe d'une ténacité de 8,8J (0,8%C) à 11,5J (0,6%C).

La figure 7.3 b) montre l'effet de l'ajout de 2% nickel comparativement à 2% cuivre. Les mélanges contenant du nickel présentent des ténacités plus élevées que ceux contenant du cuivre. Le mélange de MP52FM (0,6%C) passe de 10,4J avec 2%Cu à 11,3J avec 2%Ni. Cet effet est en partie dû à la densité après frittage des échantillons. Le cuivre a tendance à diminuer la densité (6,71g/cm³ pour MP52FM-0,6%C-2%Cu), tandis que le nickel est moins susceptible à cet effet (6,78g/cm³ pour MP52FM-0,6%C-2%Ni). Les mélanges contenant du nickel sont plus denses, ce qui se traduit par une ténacité plus élevée. De plus, comme le nickel possède un très haut point de fusion et que la diffusion de celui-ci est beaucoup plus lente que le cuivre, on retrouve fréquemment des zones riches en nickel dans des échantillons frittés à 1120°C. Ces zones riches en nickel favorisent également la ténacité.

La figure 7.3 c) montre l'effet de la technique d'alliage du cuivre. Sur ce graphique, il est difficile de conclure sur l'effet de la technique d'alliage. Sur trois mélanges, deux présentent des résultats semblables. La MP52 (0,6%C et 2%Cu) allié a une ténacité de 11,3J et lorsque le cuivre est ajouté elle est de 11,5J. Pour le mélange MP52 (0,6%C et 10%Cu) allié la ténacité est de 4,1J et lorsque le cuivre est ajouté elle est de 4,5J. Le troisième mélange, à base de poudre MP51FM, montre une ténacité plus élevée lorsque le cuivre est allié 8,6J alors qu'il n'est que de 6,8J pour le cuivre ajouté.

La figure 7.3 d) montre l'effet de la teneur en cuivre sur la ténacité. Comme mentionné précédemment, une teneur élevée en cuivre (10%Cu) donne une ténacité plutôt faible. Pour les mélange de MP52 avec 10%Cu allié ou ajouté, la ténacité est d'environ 4,3J pour

10%Cu tandis qu'elle est d'environ 11,4J pour 2%Cu. La présence d'une plus grande proportion de gros pores pourrait expliquer en partie cet effet (voir figure 7.2).

La figure 7.3 e) montre l'effet d'un revenu à deux températures (204°C, 482°C) d'une microstructure martensitique sur la ténacité. Les revenus sont d'une durée d'une heure. Les meilleurs résultats de ténacité sont pour un revenu à 204°C, 10,2J et 11,3J pour la MP58FM₍₅₎ et la MP52FM respectivement. Les échantillons non revenus (8,8J et 7,2J) et revenus à 482°C (9,0J et 9,3J) présentent des résultats semblables, qui sont inférieurs aux échantillons revenus à 204°C.

La figure 7.3 f) montre l'effet d'un revenu sur des microstructures bainitiques. Les paramètres sont les mêmes que pour les microstructures martensitiques, soit des revenus d'une heure à 204°C et 482°C. L'effet du revenu sur les microstructures bainitiques est moins évident que pour les microstructures martensitiques. Dans un cas (MP58FM₍₅₎), la ténacité diminue légèrement avec l'augmentation de la température de revenu (8,6J, 8,4J et 7,7J), mais la différence de ténacité reste trop faible compte tenu de l'erreur expérimentale pour conclure sur cette poudre. Dans le deuxième cas (MP52FM), les résultats sont semblables aux microstructures martensitiques, la ténacité est maximale pour un revenu à 204°C (11,8J).

La figure 7.3 g) présente l'effet de la présence de MnS pré-alliés sur la ténacité. Leur présence semble avoir une légère influence négative sur la ténacité (10,4J). Cependant la différence de ténacité est relativement faible (différence de 1,1J). De plus, une seule poudre nous permettait d'étudier cet effet, il serait intéressant de tester sur d'autres poudres pour nous permettre de confirmer ces résultats.

7.3 Dureté

L'effet de différents paramètres a également été étudié sur la dureté. Les valeurs de dureté pour tous les échantillons sont présentées au tableau 7.2 et la figure 7.4 sous forme d'histogrammes la dureté des échantillons de tous les mélanges du tableau 7.1.

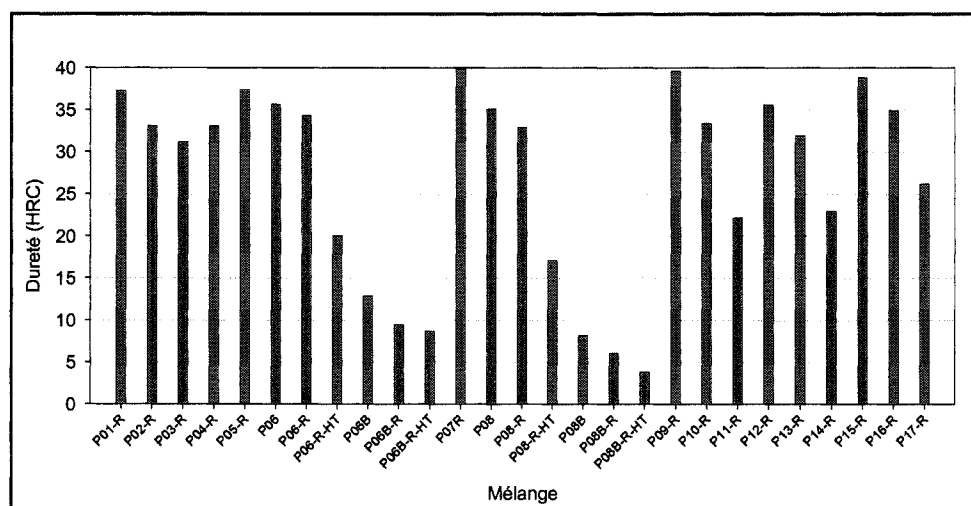


Figure 7.4 : Valeurs de duretés

Le graphique de la figure 7.4 nous permet d'identifier les duretés les plus élevées et les plus faibles des échantillons. Les valeurs les plus élevées de dureté (>35 HRC) sont respectivement : P07-R (39,9 HRC), P09-R (39,6 HRC), P15-R (38,8 HRC), P05-R (37,4 HRC), P01-R (37,3 HRC), P06 (35,7 HRC), P12-R (35,6 HRC) et P08 (35,1). À partir de ces résultats, il est possible d'identifier les paramètres qui favorisent une dureté élevée. Tous les échantillons dont la dureté est élevée présentent des microstructures martensitiques. Tous les mélanges qui contiennent 0,8%C sont ceux qui présentent les duretés les plus élevées. Les mélanges qui contiennent 0,6%C, mais qui ne sont pas revenus présentent des duretés légèrement inférieures à ceux qui ont 0,8%C et qui sont revenus. Sur les huit mélanges, quatre mélanges contiennent 2%Ni ajouté, trois mélanges contiennent 2%Cu ajouté et un mélange contient 2%Cu allié. En ce qui concerne les poudres de base utilisées, trois mélanges ont la MP58FM₍₅₎ comme poudre de base, deux mélanges ont la

MP52, deux mélanges ont la MP52FM et un mélange a la MP51FM. Les six mélanges présentant les duretés les plus faibles sont ceux qui présentent des microstructures bainitiques. Les résultats des échantillons dont la microstructure est de la martensite revenue à 482°C sont également relativement faibles.

La figure 7.5 montre l'effet de plusieurs paramètres étudiés sur la dureté. Pour l'effet du carbone (figure 7.5 a)), il est assez évident, que la martensite contenant 0,8%C est plus dure que celle contenant 0,6%C. Pour les quatre mélanges étudiés, un gain d'au moins 4 HRC est visible lorsque le %C passe de 0,6 à 0,8 (ex. : pour la MP51FM +2%Cu, la dureté est de 37,3 HRC à 0,8%C alors qu'elle est de 33,1 à 0,6%C).

À la figure 7.5 b) est présenté l'effet du cuivre et du nickel sur la dureté. Pour le premier mélange (MP52FM +2%Cu/2%Ni, +0,6%C), la dureté est identique (33 HRC). Pour le deuxième mélange (MP58FM₍₅₎), la dureté est légèrement plus élevée pour celui contenant du nickel. Ceci doit être dû en partie au gain de densité causé par le nickel (37,4HRC avec cuivre et 39,9 HRC avec le nickel).

À la figure 7.5 c) est présenté l'effet du cuivre allié et non allié. Dans les deux cas où le cuivre est allié/ajouté à 2%, la dureté est très semblable. Dans le cas où 10%Cu a été ajouté/allié, la dureté est plus faible lorsque le cuivre est ajouté. Ceci s'explique par trois raisons principales. Tout d'abord, l'échantillon avec du cuivre ajouté présente dans sa microstructure (Figure 7.6) une quantité légèrement plus élevée de la phase riche en cuivre (4-6%Cu lorsque le cuivre est ajouté et 3-4%Cu lorsque le cuivre est allié), qui est moins dure que les particules d'acier. Deuxièmement, la densité est également plus faible (6,57-6,65g/cm³ lorsque le cuivre est ajouté et 6,62-6,72g/cm³ lorsque le cuivre est allié). Lorsque le cuivre pénètre dans les particules d'acier lors du frittage, il a tendance à freiner la contraction de l'échantillon. Quand le cuivre est allié, il a déjà pénétré dans les particules d'acier, ne causant pas d'accroissement des échantillons. Finalement, les fortes teneurs en cuivre laissent en général de plus gros pores dans la microstructure.

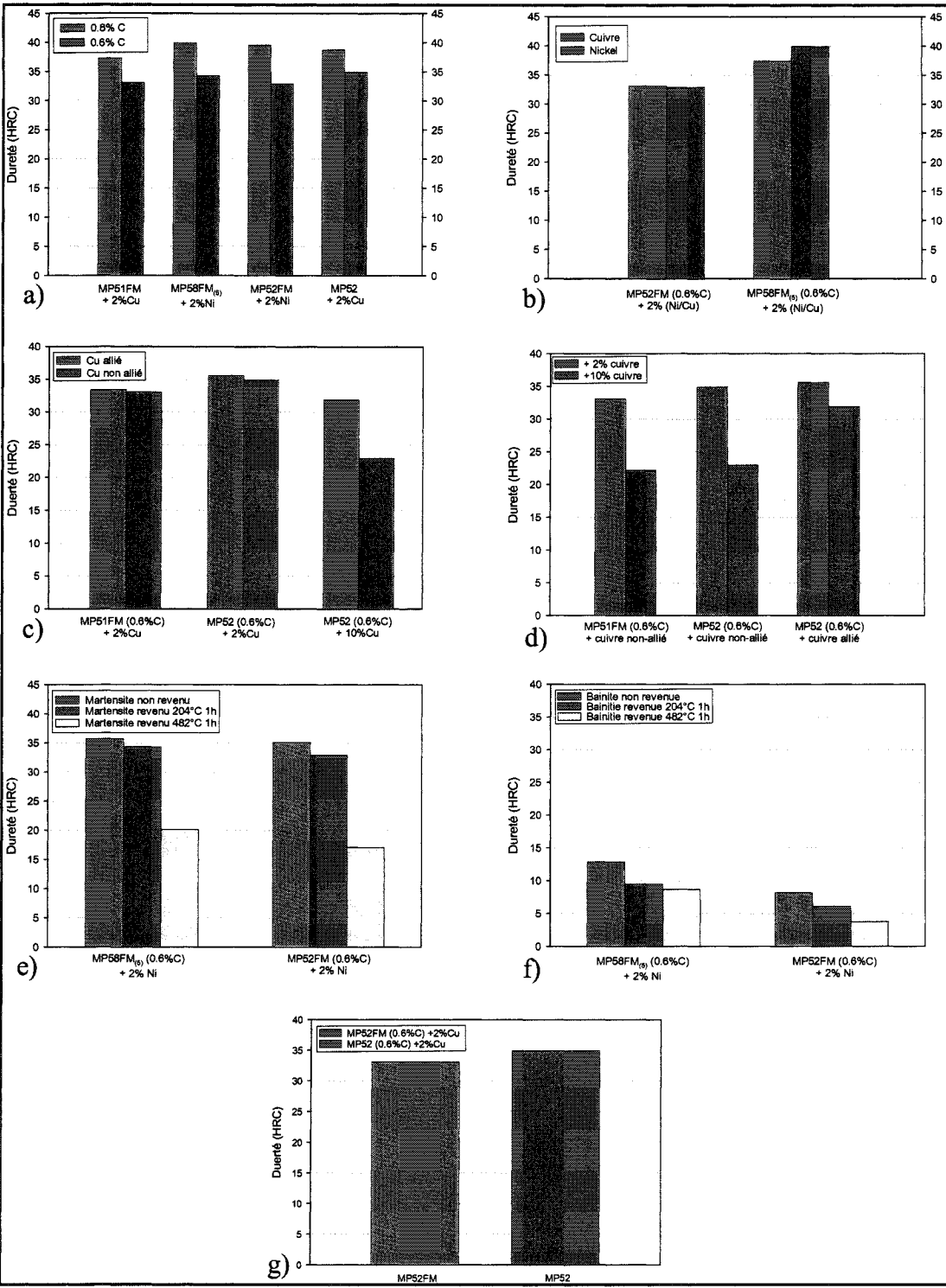


Figure 7.5 : Effets de différents paramètres sur la dureté

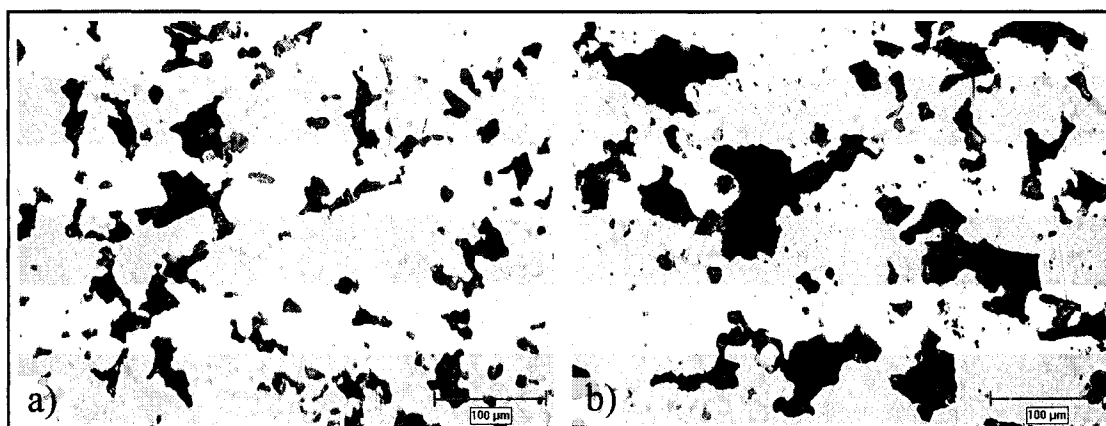


Figure 7.6 : Micrographies de la MP52 avec a) 10%Cu allié et b) 10%Cu ajouté

À la figure 7.5 d) est présenté l'effet de la teneur en cuivre. Dans les trois cas étudiés, la dureté est plus faible lorsque la teneur en cuivre est élevée. Comme présenté précédemment, ceci s'explique par une fraction plus importante de phases riches en cuivre, moins dure que les phases martensitiques et bainitiques de l'acier, dans la microstructure. Également, les échantillons contenant une quantité plus importante de cuivre présentent des densités plus faibles. Finalement, des teneurs plus élevées en cuivre tendent à laisser de plus gros pores. Il est intéressant de noter que dans le 3^{ème} cas (cuivre allié), la diminution de dureté est beaucoup moins importante pour 10%Cu. Comme le cuivre avait été allié avant le frittage, la contraction est moins importante d'où une densité moins faible, cependant la dureté des particules de poudres devrait être plus élevée. De plus, il y a moins de gros pores laissés par le cuivre. À la figure 7.7 sont présentées des micrographies montrant l'effet du cuivre préallié sur la porosité.

À la figure 7.5 e) est présenté l'effet du revenu sur des échantillons ayant une microstructure martensitique. Il y a des échantillons non revenus, revenus à 204°C pendant 1h et revenus à 482°C pendant 1h. Avec une augmentation de la température de revenu, il y a décroissance de la dureté. Pour un revenu à 204°C, la baisse de dureté est faible, tandis que pour un revenu à 482°C la baisse de dureté est relativement importante. Il est intéressant de noter, que la dureté des échantillons MP58FM₍₅₎ (35,7; 34,3; 20,1 HRC) semble

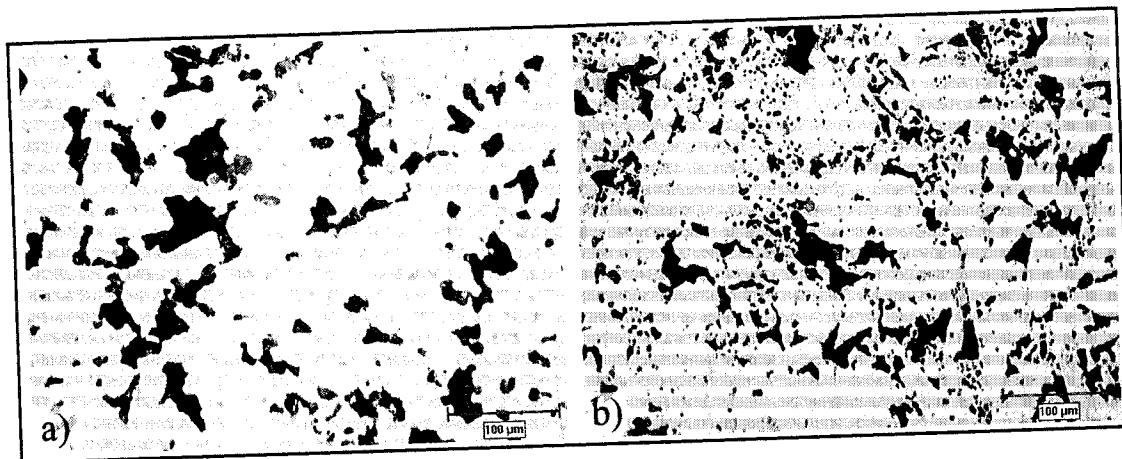


Figure 7.7 : Effet de a) 10% et b) 2% cuivre allié sur la porosité de la MP52

mieux résister à l'effet du revenu que les échantillons de MP52FM (35,1; 32,9; 17,1 HRC). La MP58FM₍₅₎ contient plus de molybdène (1,3%Mo et 0,55%V) que la MP52FM (0,7%Mo et 0%V) et elle contient également du vanadium, qui sont deux éléments qui ont tendance à former des carbures. La MP58FM₍₅₎ résiste probablement mieux à un revenu grâce à la précipitation de ces carbures de V et de Mo.

À la figure 7.5 f) est présenté l'effet du revenu sur des échantillons ayant une microstructure bainitique. Les conditions de revenu sont les mêmes que pour les microstructures martensitiques. La dureté diminue avec une augmentation de la température de revenu. Dans le cas de la MP58FM₍₅₎ (12,9; 9,5; 8,7 HRC), toutes les valeurs de dureté sont supérieures à celles de la MP52FM (8,2; 6,1; 3,8 HRC). Ceci provient probablement encore de la précipitation de carbures de V et/ou de Mo. Comme les échantillons ont subi un traitement analogue à un traitement isothermes pour obtenir les microstructures bainitiques et que la période de maintien fut relativement longue (25 min.), il est fort probable que la précipitation ait déjà eu lieu avant même le revenu.

À la figure 7.5 g), l'effet de la présence de MnS sur la dureté est présenté. La dureté de la MP52 (35,6 HRC) est légèrement supérieure à celle de la MP52FM (33,1 HRC), mais la

différence reste faible et il est difficile de conclure sur la présence des MnS puisqu'un seul cas a pu être étudié.

7.4 Résistance à la traction

La résistance à la traction a été évaluée pour plusieurs mélanges. Le tableau 7.3 donne les mélanges et les valeurs de dureté, de résistance à la traction, de masse volumique ainsi que la microstructure des échantillons. Quoique les valeurs de résistance maximale à la traction soient utilisées dans ce mémoire, les valeurs de limite d'élasticité sont très similaires étant donné la faible ductilité de nos échantillons. La préparation des échantillons est la même que pour les essais de ténacité. Des échantillons de type Izod sont tout d'abord pressés à une densité à cru de $6,8\text{g/cm}^3$. Ces échantillons sont frittés en laboratoire chez Domfer sous atmosphère d'ammoniac dissocié à 1120°C pendant 30 min. et refroidis modérément. Ces échantillons sont ensuite traités en laboratoire à l'École Polytechnique : austénitisation, refroidissement contrôlé et revenus. Les échantillons sont finalement usinés selon les normes (MPIF Standards #10 2002) voir figure 3.4 (Chapitre 2).

Les valeurs de résistance à la traction de tous les mélanges du tableau 7.3 sont présentées à la figure 7.8 sous forme d'histogramme. Les résultats de tous les mélanges vont tout d'abord être traités et ensuite certains paramètres vont être isolés pour étudier leurs effets.

Avant d'effectuer l'analyse de ces résultats, il est important de mentionner que les essais réalisés ne présentent pas les valeurs réelles de résistance à la traction des mélanges étudiés. En effet, lors des essais, la rupture de la quasi-totalité des échantillons s'est produite près de l'extrémité de l'éprouvette de traction. La figure 7.9 présente une photographie d'une éprouvette de traction où la rupture s'est produite à l'extrémité. Comme les ruptures se sont produites près d'une zone de concentration de contrainte, il est évident que la résistance à la traction mesurée est une sous-estimation de la valeur réelle. Des études

Tableau 7.3 : Valeurs de dureté et de résistance à la traction

Mélange	Dureté (HRC)		Résistance à la traction (MPa)	Microstructure (normalisé sans la porosité)			Masse vol. des éch. frittés (g/cm ³)
	Avant revenu	Après revenu		Cuivre libre	Mart.	Bainite et Perlite	
P02-R	30,8	24,2	383	0	51	49	6,63
P03-R	30,5	22,5	394	0	73	27	6,63
P04-R	32,6	26,2	460	0	77	23	6,71
P06-R	31,2	26,5	539	0	58	42	6,73
P08-R	27,6	20,1	631	0	33	67	6,78
P09-R	41,2	32,0	529	0	79	21	6,78
P12-R	36,5	28,1	611	0	77	23	6,78
P13-R	33,6	26,2	373	2	98	0	6,77
P14-R	23,8	16,6	386	3	93	4	6,72
P16-R	36,1	26,5	611	0	46	54	6,65
P08B-R	6,6	1,8	452	0	19	81	6,72

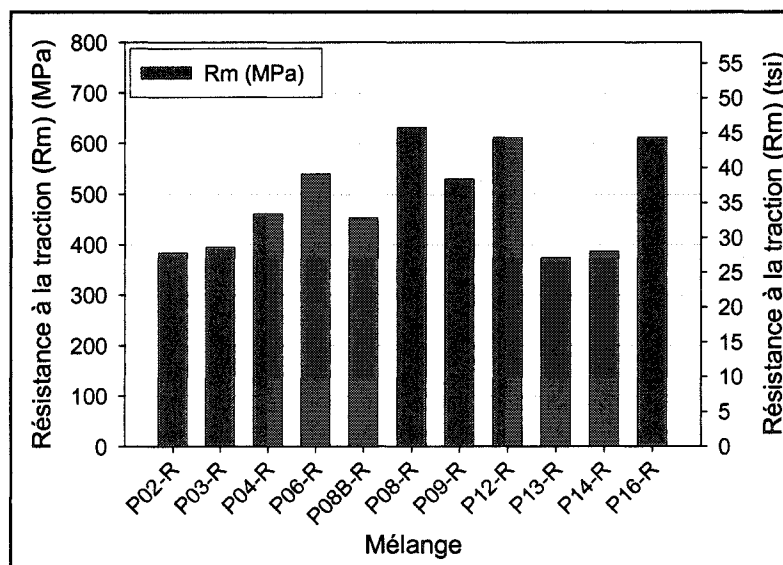


Figure 7.8 : Valeurs de résistance à la traction

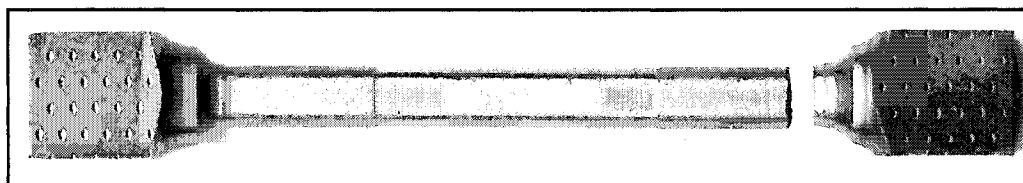


Figure 7.9 : Éprouvette de traction présentant une rupture problématique à l'extrémité de l'échantillon

comparatives peuvent être effectuées entre les différents mélanges étudiés dans ce mémoire, mais il faut faire attention lors de la comparaison avec des résultats externes.

Les mélanges qui présentent les meilleures valeurs de la résistance à la traction sont le P08-R (631 MPa), le P12-R (611 MPa) et le P16-R (611 MPa). Ces trois mélanges ont comme poudre de base la MP52/MP52FM et 0,6%C. Ces trois mélanges présentent une microstructure martensitique revenue. Le meilleur de ces trois mélanges, le P08-R (631 MPa), a du nickel ajouté (2%), tandis que les deux autres mélanges ont 2%Cu allié (P12-R) ou 2%Cu ajouté (P16-R). Comme vu précédemment, les échantillons contenant du nickel présentent également des ténacités plus élevées que les mélanges contenant du cuivre. C'est probablement l'explication d'une meilleure résistance à la traction du mélange contenant du nickel comparativement aux deux autres contenant du cuivre.

Dans la gamme intermédiaire des valeurs de résistance à la traction il y a le mélange P06-R (539 MPa), le P09-R (529 MPa), le P04-R (460 MPa) et le P08B-R (452 MPa). Le P06-R est à base de MP58FM₍₅₎ et les trois autres sont à base de MP52/MP52FM. Le mélange P08B-R présente une microstructure bainitique (80%) et les trois autres mélanges présentent une microstructure plutôt martensitique. Le mélange P09-R a une teneur en carbone de 0,8% et les trois autres mélanges ont une teneur de 0,6%C. Le mélange P04-R est le seul de ces quatre à contenir 2% Ni, les trois autres contiennent 2% Cu. Il est difficile de conclure sur l'effet des paramètres à partir des résultats de la gamme intermédiaire, il y a beaucoup de variation au niveau des paramètres pour permettre de déduire l'effet de ceux-ci.

Les quatre derniers mélanges, qui présentent les moins bonnes valeurs de résistance à la traction, sont le P03-R (394 MPa), le P14-R (386 MPa), le P02-R (383 MPa) et le P13-R (373 MPa). Parmi ces derniers mélanges, le P13-R et le P14-R contiennent 10%Cu allié et ajouté respectivement. Une forte teneur en cuivre (10%Cu) ne semble donc pas favoriser une bonne résistance à la traction étant donné la présence de gros pores (voir figure 7.2 b)) pour ces mélanges. Le mélange P02-R et P03-R (0,6%C et 2%Cu) ont comme poudre de base la MP51FM et la MP59FM. Ces poudres de bases ne semblent pas à priori conférer de bonne résistance à la traction.

Différents paramètres vont maintenant être isolés et étudiés pour évaluer leurs effets sur la résistance à la traction. La figure 7.10 a) à d) présente l'effet des différents paramètres. Les paramètres étudiés sont : l'effet du carbone, des éléments d'alliage ajouté (nickel et cuivre), l'effet des sulfures de manganèse et de la technique d'ajout du cuivre. Étant donné que seuls quelques mélanges ont été choisis pour évaluer la résistance à la traction, nous disposons de peu de résultats pour étudier chacun de ces différents paramètres. Nous allons tout de même tenter d'évaluer l'influence de ces paramètres sur la résistance à la traction.

La figure 7.10 a) présente l'effet du %C sur la résistance à la traction. Une faible teneur en carbone, 0,6%C (631 MPa) améliore la résistance à la traction comparativement à un mélange semblable avec 0,8%C (529 MPa).

La figure 7.10 b) présente l'effet du type d'élément d'alliage utilisé dans le mélange, soit 2%Cu ou 2%Ni. Le mélange contenant 2%Ni (631 MPa) présente une résistance à la traction supérieure à un mélange semblable, mais contenant 2%Cu (460 MPa). L'effet majeur du nickel provient principalement d'une meilleure densification (6,78 g/cm³) que le mélange contenant du cuivre (6,71 g/cm³).

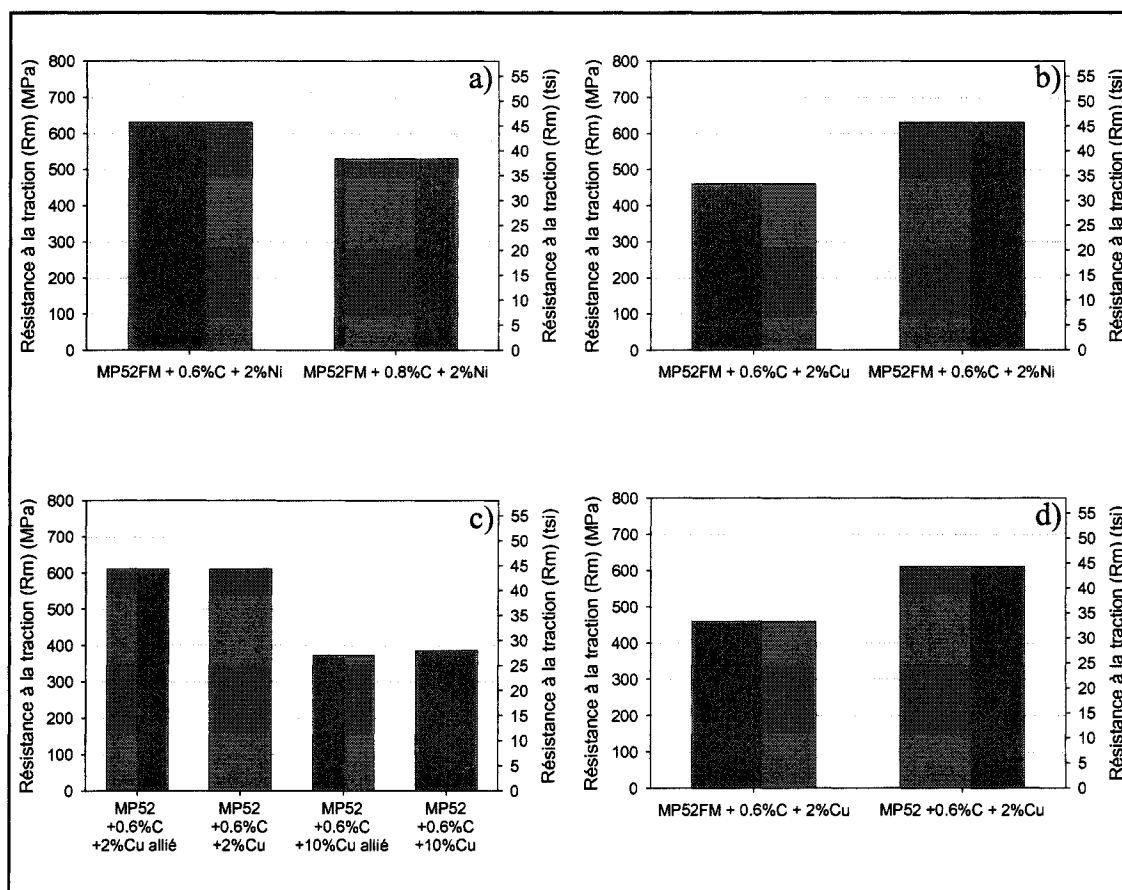


Figure 7.10 : Effet de différents paramètres sur la résistance à la traction

La figure 7.10 c) présente l'effet de la teneur en cuivre (2%Cu ou 10%Cu), ainsi que de la technique utilisée pour insérer le cuivre (allié ou ajouté dans le mélange). La résistance à la traction des mélanges contenant 10%Cu (≈380 MPa) est de beaucoup inférieure comparativement à un mélange contenant 2%Cu (611 MPa). Cet effet provient de la présence d'une taille de porosité plus grande lorsque la teneur en cuivre est de 10% (voir figure 7.11). La présence de ces gros pores est néfaste pour la résistance à la traction. En ce qui concerne l'effet de la technique d'ajout, il ne semble pas y avoir d'effets importants. Parmi ces quatre mélanges, ceux contenant 2%Cu allié et ajouté présentent la même résistance à la traction (611 MPa) et ceux contenant 10%Cu présente des valeurs relativement semblable (373 MPa pour 10%Cu allié et 386 MPa pour 10%Cu ajouté).

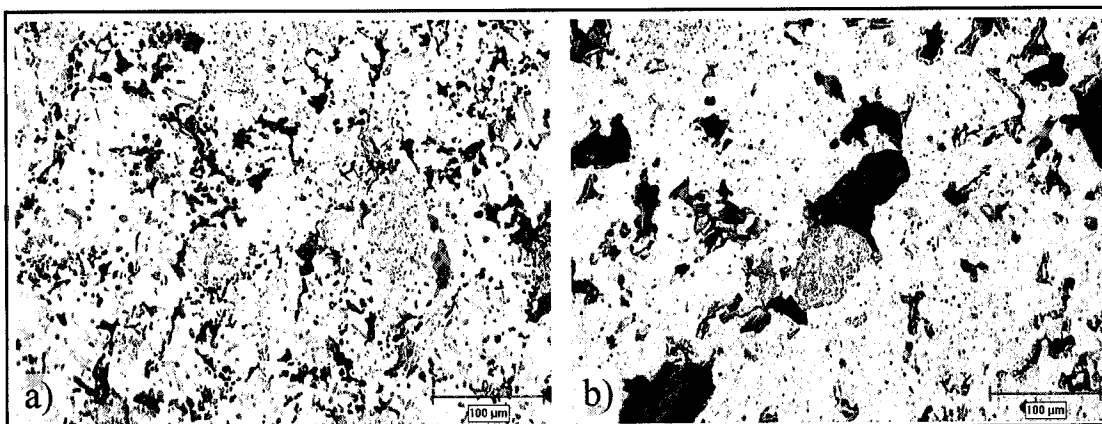


Figure 7.11 : Microstructures des échantillons de traction avec
a) 2%Cu
b) 10%Cu

L'effet de la présence des sulfures de manganèse (poudres dont la désignation est suivie des lettres FM) est présenté à la figure 7.10 d). Les deux différents mélanges contiennent 0,6%C et 2%Cu ajouté au mélange. La poudre contenant des sulfures de manganèse MP52FM (460 MPa) présente une résistance à la traction inférieure à la poudre MP52 (611 MPa). La présence de ces sulfures de manganèse semble néfaste sur la résistance à la traction. La présence de particules de deuxième phase est souvent néfaste sur la résistance à la traction. De plus, les sulfures de manganèse sont des phases beaucoup moins dures que la matrice et se déforment facilement. À la figure 7.12 sont présentées deux micrographies, la MP52FM (7.12 a)) et la MP52 (7.12 b)). Il est possible de remarquer la présence nombreuse de particules de sulfures de manganèse (MnS) sur la micrographie de l'éprouvette constitué de MP52FM, alors qu'il n'y a évidemment pas de MnS à la surface de l'éprouvette constituée de MP52. Il est fort probable que les MnS jouent un rôle important sur les propriétés mécaniques.

En général, les paramètres qui semblent favoriser une bonne résistance à la traction sont : la MP52/MP52FM (poudre alliées au Mo, Ni et Mn) comme poudre de base, 0,6%C plutôt que 0,8%C, une microstructure plutôt martensitique avec du nickel plutôt que du cuivre

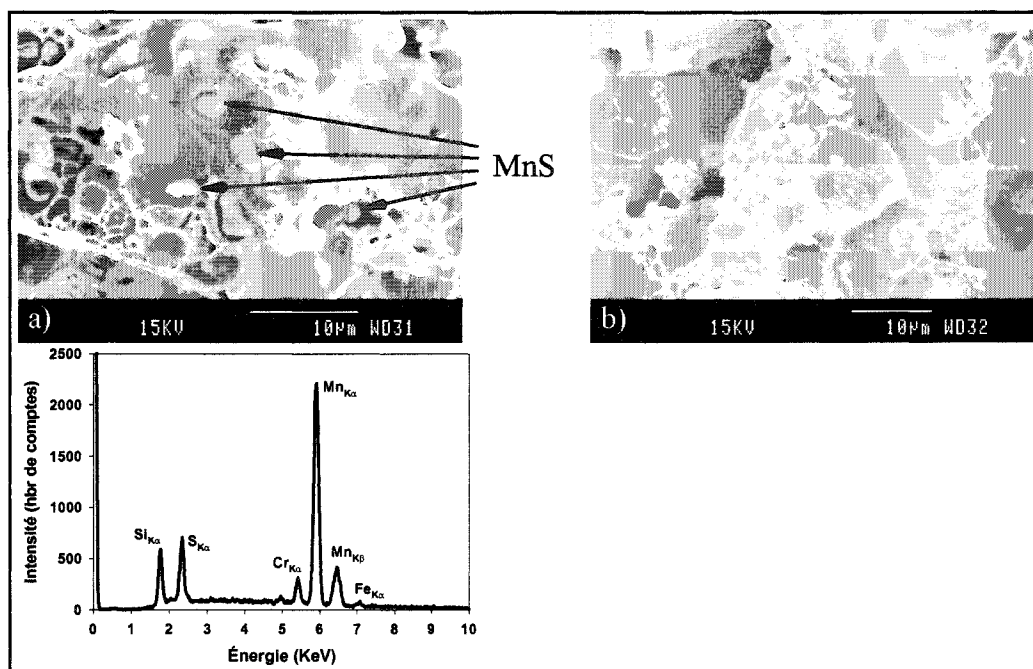


Figure 7.12 : Micrographies des surfaces de ruptures des éprouvettes de traction
a)MP52FM (présence de MnS à la surface)
b)MP52 (sans MnS à la surface)

ajouté ou allié. Si du cuivre est ajouté ou allié, la teneur ne doit pas être trop élevée (%Cu < 10%).

7.5 Analyses des résultats normalisés avec la densité

Dans les sections précédentes, il a été vu que dépendamment des mélanges utilisés (ajout de Ni ou de Cu), la densité volumique des échantillons frittés varie de façon importante (6,57g/cm³ à 6,78g/cm³). Afin d'éliminer l'effet de ce paramètre, les résultats de ténacité, de dureté et de résistance à la traction ont été normalisés en fonction de la densité. La normalisation a été effectuée à l'aide des propriétés mécaniques présentées dans les normes (MPIF standards #35 2003). Ces normes présentent différentes propriétés mécaniques (dureté, ténacité, R_m, etc.) en fonction de la densité pour plusieurs mélanges. La méthode utilisée pour la normalisation est la suivante : pour plusieurs mélanges, les propriétés

mécaniques en fonction de la densité volumique ont été modélisées par une fonction polynômiale, les propriétés mécaniques n'étant pas directement proportionnelles à la densité. Des facteurs de correction pour chacune des propriétés mécaniques et chacun des mélanges ont été établis en fonction de la densité réelle des échantillons. Tous les échantillons ont été normalisés à une densité théorique de $6,78\text{g/cm}^3$, qui correspond à la densité la plus élevée obtenue parmi tous les échantillons. Cette méthode empirique reste toutefois limitée. En effet, les données fournies dans les normes sont peu nombreuses et les propriétés mécaniques sont données essentiellement pour des densités comprises entre $6,6\text{g/cm}^3$ et $7,2\text{g/cm}^3$. Une normalisation par cette méthode est donc valide seulement si la densité des échantillons est comprise dans cet intervalle, ce qui est notre cas. Le tableau 7.4 et la figure 7.13 présentent les valeurs non normalisées et les valeurs normalisées de la dureté, de la ténacité et de la résistance maximale à la traction et le facteur de correction utilisé pour chacune des valeurs.

À la figure 7.13, il est possible de voir les résultats pour les trois propriétés étudiées (dureté, ténacité et R_m) sans normalisation et avec normalisation. Quoique les relations entre la densité et les différentes propriétés mécaniques ne soient pas linéaires, dans la gamme de densité allant de $6,6\text{g/cm}^3$ à $6,8\text{g/cm}^3$, il est possible d'approximer les relations à l'aide de droites de régression. En général, une augmentation de la masse volumique de $0,1\text{g/cm}^3$ augmente la dureté de 2,6HRC, la ténacité de 0,6J et la résistance à la traction de 23MPa. La normalisation est directement reliée à la densité de l'échantillon après les traitements thermiques.

Ce sont les échantillons qui présentent les masses volumiques les plus faibles qui se verront favoriser le plus par la normalisation. D'une part, les échantillons contenant du nickel sont donc très peu favorisés par la normalisation étant donnée la tendance de ces échantillons à présenter des densités élevées. D'autre part, les valeurs de propriétés mécaniques des échantillons avec du cuivre sont beaucoup plus affectées par la normalisation en affichant des gains sur les propriétés. Il est intéressant de remarquer que parmi tous les

Tableau 7.4 : Valeurs non normalisées et normalisées des propriétés mécaniques

Mélange	Propriétés non normalisés			Facteurs de corrections			Propriétés normalisés		
	Dureté (HRC)	Ténacité (J)	Rm (MPa)	Dur.	Tén.	Rm	Dureté (HRC)	Ténacité (J)	Rm (MPa)
P01-R	37	5,6		1,20	1,17	-	45	6,6	
P02-R	33	6,8	383	1,16	1,15	1,20	39	7,8	459
P03-R	31	7,7	394	1,16	1,15	1,20	36	8,9	473
P04-R	33	10,4	460	1,07	1,08	1,08	35	11,2	497
P05-R	37	6,8		1,20	1,17	-	45	8,0	
P06	36	8,8		1,05	1,06	-	37	9,3	
P06-R	34	10,2	539	1,05	1,06	1,06	36	10,8	572
P06-R-HT	20	7,2		1,05	1,06	-	21	7,6	
P06B	13	8,6		1,05	1,06	-	14	9,1	
P06B-R	9	8,4		1,05	1,06	-	10	8,9	
P06B-R-HT	9	7,7		1,05	1,06	-	9	9,2	
P07-R	40	7,5		1,04	1,05	-	41	7,9	
P08	35	9,0		-	-	-	35	9,0	
P08-R	33	11,3	631	-	-	-	33	11,3	631
P08-R-HT	17	9,3		-	-	-	17	9,3	
P08B	8	10,6		-	-	-	8	10,6	
P08B-R	6	11,8	452	-	-	-	6	11,8	452
P08B-R-HT	4	10,6		-	-	-	4	10,6	
P09-R	40	9,7	529	-	-	-	40	9,7	529
P10-R	33	8,6		1,12	1,13	-	37	9,7	
P11-R	22	5,0		1,25	1,19	-	28	6,0	
P12-R	36	11,3	611	1,01	1,01	1,01	36	11,4	617
P13-R	32	4,1	373	1,06	1,07	1,07	34	4,4	399
P14-R	23	4,5	386	1,14	1,14	1,17	26	5,1	452
P15-R	39	8,8		1,09	1,10	-	42	9,7	
P16-R	35	11,5	611	1,06	1,07	1,07	37	12,3	654
P17-R	26	3,6		1,18	1,16	-	31	4,2	

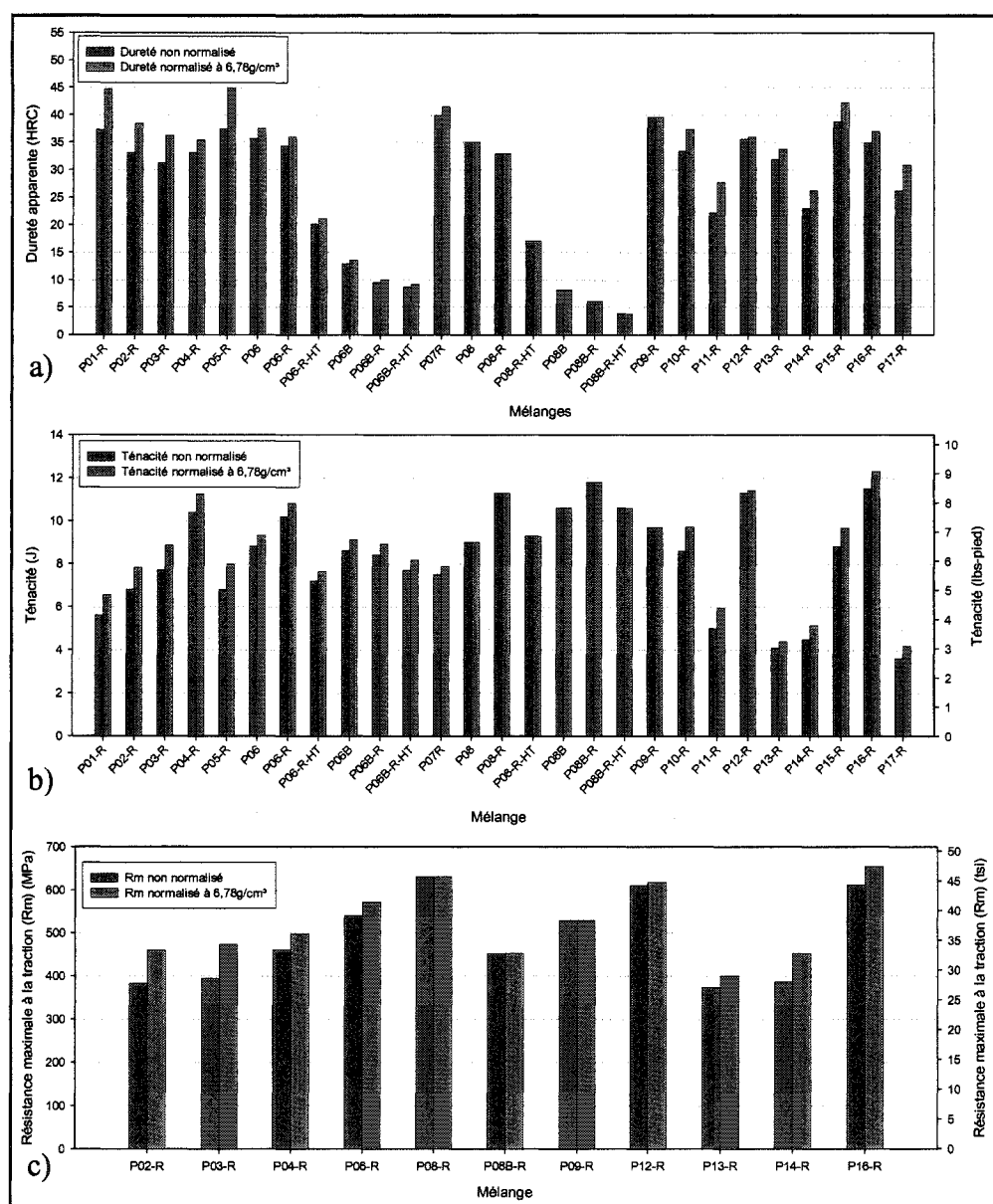


Figure 7.13 : Propriétés mécaniques normalisées à une masse volumique de 6,78 g/cm³ et non normalisées

a) Dureté apparente

b) Ténacité

c) Résistance maximale à la traction

échantillons contenant du cuivre, ceux constitués à partir de la poudre de base principalement alliée avec du molybdène présentent les densités les plus faibles (tableau 7.2). Les mélanges à base de MP52/MP52FM sont plus denses que la majorité de tous les mélanges

à base de XP36SP2, MP51FM, MP59FM et MP58FM. Le molybdène semble donc jouer un rôle sur la densité des pièces frittées.

Avec l'analyse des figures 7.13 a), b) et c), on remarque que la normalisation à en général un effet relativement faible pour la plupart des mélanges. Si on classe les différents mélanges en ordre croissant des valeurs de propriétés mécaniques non normalisées, on obtient sensiblement le même classement pour les valeurs de propriétés mécaniques normalisés. L'analyse de ces résultats n'apporte donc pas grand chose de nouveau concernant les propriétés mécaniques. Cependant, les valeurs normalisées peuvent être intéressantes si l'obtention d'une densité frittée minimale est exigée pour une application. Dans ce cas, il serait possible de choisir le mélange le plus approprié satisfaisant les exigences requises en gardant la densité fixe visée.

7.6 Critère de performance des mélanges

Afin de pouvoir déterminer la performance des mélanges étudiés dans ce chapitre, il pourrait être intéressant de déterminer un critère permettant de comparer ces mélanges. Il y a trois propriétés différentes qui ont été évaluées soit : la dureté, la ténacité et la résistance à la traction. La première étape est de déterminer l'importance de chacune de ces propriétés dans le choix d'un mélange. La première propriété évaluée est la dureté. La dureté est relativement importante pour des pièces sollicitées mécaniquement. Cependant, comme tous les mélanges étudiés sont autotrempants, ils peuvent présenter la dureté désirée relativement facilement en contrôlant la vitesse de refroidissement à la fin du frittage. Pour cette raison, l'importance accordée à la dureté pour un critère de performance a été établie à 20%. En ce qui concerne les deux autres propriétés, ténacité et résistance à la traction, la variabilité des résultats des mélanges dépend beaucoup de la densité frittée des échantillons. La compressibilité des poudres autotrempantes est un des problèmes importants de celles-ci. Comme la densité d'une pièce est fortement liée à la compressibilité et à la force requise pour obtenir une densité visée et que les poudres autotrempantes nécessitent

des forces plus importantes lors du pressage que pour des poudres non alliées, l'importance de la ténacité et de la résistance à la traction a été fixée à 40% chacune. Le critère de performance est présenté à l'équation 7.1.

$$P_1 = (0,2 \times D_{Norm}) + (0,4 \times T_{Norm}) + (0,4 \times Rm_{Norm}) \quad (7.1)$$

P_1 : Critère de Performance
 D_{Norm} : Dureté normalisée
 T_{Norm} : Ténacité normalisée
 Rm_{Norm} : Résistance à la traction normalisée

Étant donné que la résistance à la traction n'a été évaluée que pour certains mélanges, un deuxième critère de performance a été utilisé, qui ne tient compte que de la dureté et de la ténacité. L'importance de la dureté a été fixée à 20% et celui de la ténacité à 80%. L'équation 7.2 présente le deuxième critère de performance.

$$P_2 = (0,2 \times D_{Norm}) + (0,8 \times T_{Norm}) \quad (7.2)$$

P_2 : Critère de Performance
 D_{Norm} : Dureté normalisée
 T_{Norm} : Ténacité normalisée

Au tableau 7.5 sont présentés les critères de performance P_1 pour les 11 mélanges étudiés (Rm) et au tableau 7.6 les critères de performance P_2 pour les 10 meilleurs mélanges. Les mélanges sont classés en ordre décroissant de leur critère de performance.

Avec l'analyse des tableaux 7.5 et 7.6, les cinq mélanges les plus performants sont le P16-R, le P12-R, le P04-R, le P08-R et le P06-R. Parmi ces mélanges, les cinq présentent des taux de carbone de 0,6%. La MP52/MP52FM compose quatre des cinq mélanges. Ces mélanges présentent tous une microstructure martensitique et ont subi un traitement thermique de revenu. Un seul de ces mélanges contient 2%Cu allié, deux autres mélanges contiennent 2%Cu ajouté et deux autres contiennent 2%Ni ajouté.

Tableau 7.5 : Critère de performance P_1

Mélange	Critère de performance P_1
P16-R	0,952
P12-R	0,950
P08-R	0,948
P09-R	0,864
P06-R	0,857
P04-R	0,809
P08B-R	0,717
P03-R	0,666
P02-R	0,638
P13-R	0,535
P14-R	0,512

Tableau 7.6 : Critère de performance P_2 pour les 10 meilleurs mélanges

Mélange	Critère de performance P_2
P16-R	0,964
P12-R	0,901
P04-R	0,884
P08-R	0,882
P06-R	0,862
P15-R	0,818
P09-R	0,809
P10-R	0,795
P08B-R	0,794
P06	0,769

7.7 Comparaisons avec les propriétés de mélanges standards

Jusqu'à présent, nous avons comparé les valeurs de propriétés mécaniques entre les différents mélanges réalisés. Toutefois, il est intéressant de comparer toutes ces valeurs avec des valeurs de matériaux standards (MPIF Standards #35 2003). Le tableau 7.7 présente les différents mélanges standards auxquels seront comparées les valeurs obtenues dans ce mémoire.

Tableau 7.7 : Différentes classes de poudres alliées et trempantes provenant la norme MPIF Standards #35 (2003) pour comparer avec les résultats de ce mémoire

Désignation	Éléments d'alliage (% _{min} -% _{max})			
	%C	%Ni	%Mo	%Cu
FL-4205	0,4 - 0,7	0,35 - 0,55	0,50 - 0,85	-
FL-4405	0,4 - 0,7	-	0,75 - 0,95	-
FL-4605	0,4 - 0,7	1,70 - 2,00	0,40 - 1,10	-
FLN2-4405	0,4 - 0,7	1,00 - 3,00	0,65 - 0,95	-
FLNC-4408	0,6 - 0,9	1,00 - 3,00	0,65 - 0,95	1,0 - 3,0
FLC-4608	0,6 - 0,9	1,6 - 2,0	0,39 - 1,10	1,0 - 3,0

Le tableau 7.8 présente les valeurs des propriétés mécaniques normalisées à 6,78g/cm³ obtenues dans nos travaux et celles présentées dans les normes MPIF Standards #35 (2003). Comme mentionné dans la section 7.4, les valeurs de résistance à la traction obtenues pour nos mélanges, sont des sous-estimations des valeurs réelles. Il faut donc tenir compte de ce fait lors de la comparaison entre nos résultats et ceux présentés dans les normes MPIF.

Tout d'abord, si on compare les résultats de dureté, on remarque qu'il est facile d'obtenir des duretés équivalentes (25 - 30 HRC) ou supérieures pour presque tous nos mélanges. Les mélanges qui présentent des duretés inférieures sont ceux qui présentent des micros-

structures principalement bainitique (>75% de bainite) (4 à 14 HRC) et les mélanges qui ont été trempés et revenus à 482°C (17 - 21 HRC).

En ce qui concerne la ténacité, les résultats obtenus sont également équivalents ou supérieures aux mélanges standards. Les mélanges standards présentent des ténacités variant de 7,5 à 9 J alors qu'une majorité de nos mélanges présentent des ténacités supérieures à 9 J et qui peuvent atteindre 12,3 J. Les mélanges qui ont une ténacité plus faible sont les mélanges qui contiennent 0,8%C (6,6 à 9,7 J) et ceux qui contiennent 10%Cu (4,2 à 6 J).

Pour les résultats de résistance à la traction, il a été dit précédemment que les valeurs obtenus sont des sous-estimations de valeurs réelles. Néanmoins, quelques mélanges présentent des résistances à la traction (572 à 654MPa) relativement équivalentes à certains mélanges standards (536 - 629 MPa), ce qui laisse présager des valeurs réelles de R_m relativement élevées pour nos mélanges. Il nous est impossible de déterminer avec exactitude les valeurs réelles de résistance à la traction. Il serait important de refaire ces essais, mais en évitant des ruptures aux extrémités des éprouvettes. Un meilleur usinage des échantillon pourrait régler en partie ce problème.

Tableau 7.8 : Valeurs normalisés des propriétés mécaniques à 6,78g/cm³ et valeurs des propriétés des mélanges MPIF Standards #35 (2003) estimées à une densité de 6,78g/cm³

Mélange	Dureté (HRC)	Ténacité (J)	Rm (MPa)
P01-R	45	6,6	-
P02-R	39	7,8	459
P03-R	36	8,9	473
P04-R	35	11,2	497
P05-R	45	8,0	-
P06	37	9,3	-
P06-R	36	10,8	572
P06-R-HT	21	7,6	-
P06B	14	9,1	-
P06B-R	10	8,9	-
P06B-R-HT	9	9,2	-
P07-R	41	7,9	-
P08	35	9,0	-
P08-R	33	11,3	631
P08-R-HT	17	9,3	-
P08B	8	10,6	-
P08B-R	6	11,8	452
P08B-R-HT	4	10,6	-
P09-R	40	9,7	529
P10-R	37	9,7	-
P11-R	28	6,0	-
P12-R	36	11,4	617
P13-R	34	4,4	399
P14-R	26	5,1	452
P15-R	42	9,7	-
P16-R	37	12,3	654
P17-R	31	4,2	-
FL-4205	32	8	748
FL-4405	26	7.4	827
FL-4605	30	8.4	779
FLN2-4405	32	8.2	879
FLNC-4408	21	9.1	629
FLC-4608	25	8.3	536

7.8 Conclusion

Certains des aspects très importants lors de la fabrication d'une pièce sont bien évidemment les propriétés mécaniques. Dans ce chapitre, divers mélanges ont été élaborés pour déterminer les propriétés mécaniques de ces mélanges. Les propriétés mécaniques étudiées sont la dureté, la ténacité et la résistance à la traction. Le but principal de ce mémoire était d'étudier plusieurs mélanges de poudres afin de pouvoir déterminer un mélange de poudre autotrempant présentant de bonnes propriétés mécaniques et une bonne compressibilité. L'autotrempabilité et la compressibilité de plusieurs mélanges ont été évaluées et étudiées et les résultats sont présentés aux chapitres 3, 4 et 5. Les mélanges les plus prometteurs ont donc été choisis et élaborés pour en évaluer les propriétés mécaniques.

La première propriété étudiée est la ténacité. La ténacité de tous les 27 mélanges a été étudiée. Les quatre meilleurs mélanges présentant la meilleure ténacité sont le P08-R (11,3J), le P08B-R (11,8J), le P12-R (11,3J) et le P16-R (11,5J). Les paramètres qui favorisent une bonne ténacité sont un taux de carbone de 0,6% plutôt que 0,8% avec un ajout de 2%Ni. Les poudres de base MP52/MP52FM confèrent les meilleurs résultats de ténacité. Les mélanges contenant un taux élevé de cuivre (10%Cu) présentent des ténacités plus faibles (<5J) que tous les autres mélanges (5,6J à 11,8J). Les microstructures des mélanges contenant des quantités importantes de cuivre présentent de plus gros pores que tous les autres mélanges, ce qui semble être un facteur néfaste sur la ténacité.

La deuxième propriété étudiée est la dureté. La dureté des 27 mélanges a été étudiée. Les mélanges présentant les duretés les plus élevées sont les suivants : P07-R (39,9 HRC), P09-R (39,6 HRC), P15-R (38,8 HRC), P05-R (37,4 HRC), P01-R (37,3 HRC), P06 (35,7 HRC), P12-R (35,6 HRC) et P08 (35,1). Les facteurs bénéfiques pour la dureté sont un taux de carbone de 0,8% plutôt que 0,6%, ainsi qu'une microstructure martensitique. Les mélanges les plus durs sont faits en partie de MP52/MP52FM ou de MP58FM₍₅₎. Les

échantillons présentant des microstructures bainitiques et duplexes présentent des duretés relativement basses ($< 12,9\text{HRC}$).

La dernière propriété mécanique étudiée est la résistance maximale à la traction. Une sélection de 11 mélanges parmi les 27 mélanges initiaux ont été choisis pour étudier cette propriétés. Les trois mélanges présentant les meilleures résistances maximales à la traction sont les suivantes : P08-R (631 MPa), le P12-R (611 MPa) et le P16-R (611 MPa). Ces trois mélanges ont comme poudre de base la MP52/MP52FM et 0,6%C. Ces trois mélanges présentent également une microstructure martensitique. Les mélanges contenant 10%Cu, allié ou ajouté, sont ceux qui présentent des valeurs de R_m les plus faibles (P13-R : 373MPa et P14-R : 386MPa).

Des critères de performance ont été établis pour évaluer les mélanges présentant les meilleurs compromis des trois propriétés étudiées. Le premier critère accorde 20% à la dureté, 40% à la ténacité et 40% à R_m . Le 2^{ème} critère accorde 20% à la dureté et 80% à la ténacité. Le 2^{ème} critère a été utilisé pour permettre l'évaluation des mélanges dont la résistance à la traction n'a pas été étudiée. Les critères consistent en une somme arithmétique de chaque terme qui consiste en le produit de la pondération et de la propriété normalisée avec la valeur la plus élevée. Les cinq mélanges les plus performants sont les suivants : le P16-R, le P12-R, le P04-R, le P08-R et le P06-R. Les paramètres maximisant les propriétés mécaniques sont l'utilisation de la MP52/MP52FM comme poudre de base, qui présentent une microstructure martensitique revenue et qui contiennent 0,6%C.

D'un point de vue général, il semble que certaines poudres et certains mélanges qui ont été développés dans le cadre de ce mémoire présentent des propriétés mécaniques équivalentes ou supérieures aux mélanges standards. De plus, certains de ces mélanges présentent des compressibilités supérieures aux mélanges standards, ce qui était un des buts de cette étude.

CHAPITRE 8 : CONCLUSION

Nous avons étudié plusieurs paramètres et facteurs influençant les propriétés des poudres et des pièces fabriquées par métallurgie des poudres. Tout au long de ce mémoire, nous avons étudié, tenté de comprendre et développé des poudres, mélanges et techniques dans le but d'obtenir des poudres autotrempantes qui présentent des propriétés, tel la compressibilité, l'autotrempabilité et propriétés mécaniques, améliorés.

En premier lieu, au niveau des poudres, nous avons étudié l'effet de la composition sur la compressibilité. Les poudres autotrempantes standards contiennent généralement du molybdène et du nickel et certaines poudres contiennent également du chrome. L'effet de ces trois éléments est bien connu sur la compressibilité des poudres alliées. De ces trois éléments, le chrome est celui qui est le moins néfaste sur la compressibilité, alors que le nickel est celui qui est le plus néfaste. Quoique le chrome en solution solide ne soit pas trop néfaste sur la compressibilité, il est très susceptible à l'oxydation ce qui mène à une réduction de la compressibilité. Pour cette raison, des poudres alliées principalement au molybdène ont été développées dans le but de présenter une bonne compressibilité en éliminant le nickel. La XP36SP2 (0,7%Mo), la MP51FM (1,3%Mo) et la MP59FM (1,3%Mo et 0,5%Ni) sont trois poudres développées qui sont alliées principalement au molybdène. La compressibilité de ces trois poudres est bonne ($6,68\text{g/cm}^3$, $6,67\text{g/cm}^3$ et $6,69\text{g/cm}^3$ à 30tsi/414MPa) en comparaison aux poudres plus conventionnelles comme la MP52FM ($6,65\text{g/cm}^3$ à 30tsi/414MPa) et MP55HD ($6,56\text{g/cm}^3$ à 30tsi/414MPa).

En plus de la diminution de la compressibilité par les éléments d'alliage en solution solide, la teneur en carbone et en oxygène nuit également à la compressibilité. La présence de précipités et de particules de 2^{ème} phase tel carbures et oxydes augmentent la dureté des particules de poudre, diminuant par le fait même la compressibilité de ces poudres. Pour

limiter ce phénomène, différents traitements ont été étudiés pour réduire la teneur en oxygène et en carbone. Différentes atmosphères réductrices (vide, H_2 et NH_3) ont été étudiées à haute température ($1120^\circ C$) dans le but de réduire ces carbures et oxydes. Les quantités de poudre utilisées pour ces essais étant relativement limitées, des mesures de microduretés sur des particules ont été effectuées pour estimer la compressibilité de ces poudres. La plupart de ces traitements ont été bénéfiques pour abaisser la microdureté des particules. Les essais sous vide ont eu peu d'influence sur le %O (MP58FM₍₅₎ est passé de 0,4044%O à 0,4000%O), mais abaisse le %C (MP58FM₍₅₎ est passé de 0,010%C à 0,002%C). Les essais avec les atmosphères réductrices ont également été bénéfiques pour abaisser la microdureté des particules, mais contrairement aux essais sous vide, c'est le %O (MP58FM₍₅₎ est passé de 0,4044%O à 0,2395%O) qui diminue alors que le %C ne diminue pas nécessairement. D'ailleurs, il semble y avoir eu un problème lors des traitements de réduction, car on note parfois une augmentation importante du carbone, il serait donc intéressant de refaire ces essais. Le but ultime était d'abaisser le %C et le %O, mais ces essais n'ont pas vraiment permis d'obtenir ces résultats. Les essais sous atmosphères réductrices et sous vide n'ont pas été combinés, mais il pourrait être intéressant de réduire le %O sous H_2 ou NH_3 pour ensuite réduire le %C avec des essais sous vide. L'utilisation d'autres gaz comme le méthane pourrait être également envisageable.

Quelques essais ont également été réalisés pour tenter de réduire le %O en ajoutant du graphite à la poudre d'acier et en la portant à haute température ($1120^\circ C$) pour ensuite la broyer pour obtenir une poudre à oxygène réduit. Différentes quantités de graphite ont été ajoutées à la MP58FM₍₁₎ (ajout de 0,1%Gr à 0,37%Gr) et MP58FM₍₄₎ (ajout de 0,4%Gr à 0,8%Gr). Le graphite semble bien réduire le %O contenu dans les poudres, mais la quantité doit être bien dosée, car un ajout trop important de graphite tend à laisser un %C élevé dans la poudre ce qui nuit à la compressibilité de cette poudre. Des essais sous vide pourraient être réalisés sur les poudres auxquelles du graphite a été ajouté, ce qui devrait réduire le %O et le %C de ces poudres.

Nous avons également étudié certains mélanges de poudres afin d'améliorer la compressibilité. Les mélanges étudiés contiennent des teneurs en cuivre élevées (5% et 10%). Le tableau 8.1 présentent un résumé des propriétés de toutes les poudres et mélanges au cuivre. Avec des teneurs aussi élevées en cuivre, il est possible d'améliorer la compressibilité de poudres peu compressibles comme les MP58FM (58-10AJ, 6,91g/cm³ à 40tsi/552MPa et granulométrie 1000B*) à des compressibilités semblables à des poudres comme la XP36SP2 et la MP51FM avec 2% Cu ajouté (36-2AJ/51-2AJ, 6,82g/cm³ et granulométrie 1000B*). Une forte teneur en cuivre entraîne également une amélioration importante de la trempabilité de poudres comme la XP36SP2($T_{c(36-10AL)} = 12^{\circ}\text{C/min}$; $T_{c(36-2AL)} = 64^{\circ}\text{C/min}$) et la MP51FM($T_{c(51-5AL)} = 11^{\circ}\text{C/min}$; $T_{c(51-2AL)} = 37^{\circ}\text{C/min}$). Cependant, l'utilisation de teneurs en cuivre élevées (10%Cu) a une influence néfaste sur les propriétés mécaniques (ténacité de 3,6 J à 5,0 J et Rm de 373 MPa à 386 MPa). La présence de grosses porosités (60µm) et la faible densité de ces échantillons (6,57g/cm³ à 6,72g/cm³) en sont principalement les causes. Certaines propriétés mécaniques n'ont été évaluées que pour des mélanges contenant 10%Cu. Il serait nécessaire d'évaluer les propriétés mécaniques pour des mélanges à 5%Cu pour déterminer si l'impact sur les propriétés mécaniques est important. Dans ce mémoire, 2%Cu, 5%Cu et 10%Cu ont été utilisés, mais ces essais sont exploratoires et il faudrait optimiser les teneurs en cuivre pour trouver un bon compromis entre une bonne compressibilité, une bonne trempabilité et limiter la dégradation des propriétés mécaniques.

L'autotrempabilité est le second aspect majeur que nous avons étudié. Le tableau 8.2 présente une synthèse des propriétés des poudres autotrempantes étudiées et des poudres produites par des compagnies autres que Domfer. La trempabilité est essentiellement liée à la composition chimique des mélanges, mais le profil temps-température lors du refroidissement joue également un rôle en fonction de la composition des mélanges. Des poudres ayant une bonne compressibilité, alliées principalement au molybdène ont été développées et nous avons étudié leur autotrempabilité. Les poudres alliées principalement au molyb-

Tableau 8.1 : Tableau synthèse des résultats obtenus pour les différentes poudres et mélanges contenant du cuivre ($\rho_{\text{Cu}}=6,8\text{g/cm}^3$, Cond. frit.: 1120°C 20min.)

Poudre de base						Propriétés des mélanges				Propriétés mécaniques
Nom	Composition ¹				Trait. therm. ²	Cu ¹	C ¹⁻⁶	Cp ³	Tc ⁴	Dureté maximale ⁵
	Mo	Ni	Cu	V						
36SP2	0,7	0	0	0	-	2	0,8	6,82	91	37,2
36SP2	0,7	0	2	0	Cu allié	0	0,8	6,64	64	38,7
36SP2	0,7	0	2	0	Cu allié + recuit	0	0,8	6,73	-	-
36SP2	0,7	0	0	0	-	5	0,8	6,84	-	-
36SP2	0,7	0	5	0	Cu allié	0	0,8	6,47	-	-
36SP2	0,7	0	0	0	-	10	0,8	6,90	73	26,7
36SP2	0,7	0	10	0	Cu allié	0	0,8	6,48	12	28,5
51FM	1,3	0	0	0	-	2	0,8	6,82	48	39,7
51FM	1,3	0	2	0	Cu allié	0	0,8	6,62	37	39,8
51FM	1,3	0	0	0	-	5	0,8	6,88	43	33,5
51FM	1,3	0	5	0	Cu allié	0	0,8	6,44	11	36,0
51FM	1,3	0	0	0	-	10	0,8	6,91	-	-
51FM	1,3	0	10	0	Cu allié	0	0,8	6,44	-	-
58FM ₍₅₎	1,3	0,5	0	0,55	-	2	0,8	6,74	35	40,8
58FM ₍₅₎	1,3	0,5	2	0,55	Cu allié	0	0,8	6,56	-	-
58FM ₍₅₎	1,3	0,5	0	0,55	-	5	0,8	6,78	21	37,2
58FM ₍₅₎	1,3	0,5	5	0,55	Cu allié	0	0,8	6,19	21	35,4
58FM ₍₅₎	1,3	0,5	0	0,55	-	10	0,8	6,84	-	-
58FM ₍₅₎	1,3	0,5	10	0,55	Cu allié	0	0,8	6,15	-	-
52	0,7	0,5	0	0	-	2	0,8	6,80	70	41,5
52	0,7	0,5	2	0	Cu allié	0	0,8	6,59	41	42,3
52	0,7	0,5	2	0	Cu allié + recuit	0	0,8	6,68	-	-
52	0,7	0,5	0	0	-	5	0,8	6,84	41	37,6
52	0,7	0,5	5	0	Cu allié	0	0,8	6,38	13	37,5
52	0,7	0,5	5	0	Cu allié + recuit	0	0,8	6,67	-	-
52	0,7	0,5	0	0	-	10	0,8	6,90	-	-
52	0,7	0,5	10	0	Cu allié	0	0,8	6,28	-	-
52	0,7	0,5	10	0	Cu allié + recuit	0	0,8	6,74	-	-

¹ Les valeurs sont en %poids

² Traitement thermique d'alliage pour le cuivre si applicable

³ Compressibilité (g/cm³) avec reconstruction granulométrique 1000B* à 552MPa/40tsi

⁴ Taux de refroidissement critique (°C/min) à une dureté relative de 0,8 (Rockwell C)

⁵ Dureté maximale (Rockwell C) des échantillons lors d'une trempe à l'eau

⁶ Teneur en carbone dans l'échantillon frittée

autotrempantes ($\rho_{\text{cml}}=6,8\text{g/cm}^3$, Cond. frit.: 1120°C 20min.)

dène présentent une autotrempabilité relativement faible. Cependant, il est fréquent lors de l'évaluation de l'autotrempabilité d'échantillons, d'utiliser des échantillons pré-frittés pour ensuite les soumettre à une austénitisation et les autotremper. Les températures généralement utilisées pour l'austénitisation sont d'environ 1000°C, alors que les températures de frittage usuelles sont de l'ordre de 1120°C. En étudiant plusieurs profils de refroidissement et températures d'austénitisation, nous avons remarqué que contrairement aux autres poudres autotrempantes, les poudres alliées majoritairement au molybdène sont beaucoup plus trempantes lorsque la température avant le refroidissement est élevée. En effectuant des essais d'austénitisation à 1000°C et 1120°C, les poudres XP36SP2 (0,7%Mo) et MP51FM (1,3%Mo) voient diminuer leur taux critique de refroidissement de façon significative à 1120°C (T_c (XP36SP2) = 91°C/min et T_c (MP51FM) = 48°C/min à 0,8 de dureté relative) comparativement à 1000°C (T_c (XP36SP2) = 175°C/min et T_c (MP51FM) = 80°C/min à 0,8 de dureté relative). Ceci est un point important, car dorénavant il serait plus juste, lors de l'évaluation de l'autotrempabilité d'une poudre, d'effectuer des essais dans des conditions temps-températures semblables à celles utilisées en industrie lors du frittage.

Le vanadium est un autre élément d'alliage qui a été étudié. Le vanadium est un élément non conventionnel dans son utilisation des poudres autotrempantes et les résultats obtenus sont intéressants. Différentes teneurs en vanadium ont été étudiées (0,18%V, 0,24%V et 0,55%V). L'effet du vanadium augmente la trempabilité des poudres autotrempantes. La poudre de base utilisée est la MP59FM (1,3%Mo + 0,5%Ni). Le taux critique de refroidissement (austénitisation à 1000°C et T_c définit à 0,8 de dureté maximale) est de T_c = 45°C/min (0%V), de T_c = 40°C/min (0,18%V), de T_c = 36°C/min (0,24%V) et de T_c = 26°C/min (0,55%V). Un des problèmes du vanadium est sa tendance à s'oxyder. Les poudres MP58FM présentent généralement des taux d'oxygène relativement élevés (0,29%O à 0,48%O) et donc des compressibilités relativement faibles 6,50g/cm³ à 6,65g/cm³ (30tsi/414MPa, granulométrie de base). De plus, étant donné les quantités importantes de vanadium oxydé, on retrouve beaucoup moins de vanadium en solution solide dans les particu-

les (0,025V, 0,03%V et 0,15%V non oxydé), ce qui limite son effet sur la trempabilité. La figure 8.1 présente le taux critique en fonction du %V global et non-oxydé. Il pourrait être bénéfique d'utiliser des techniques de réduction d'oxydes pour ces poudres et évaluer l'effet de cette diminution d'oxygène sur la trempabilité.

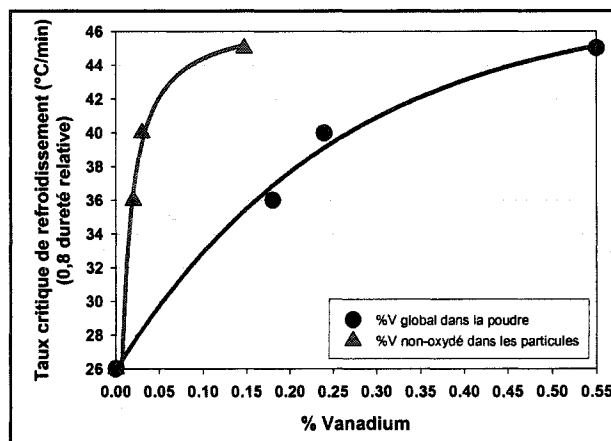


Figure 8.1 : Taux critique en fonction du %V global et non-oxydé

L'effet de différentes techniques d'alliages et teneurs de cuivre ont été étudiées sur l'autotrempabilité. Des teneurs de 2%, 5% et 10%Cu ont été ajoutées ou alliées directement dans la poudre pour en évaluer l'effet sur la trempabilité. Avec une augmentation de la teneur en cuivre ajoutée, l'autotrempabilité augmente légèrement pour des poudres qui ne sont pas trop trempantes, comme la XP36SP2, la MP51FM et la MP52 (36-2AJ: 91°C/min; 36-10AJ: 73°C/min; 51-2AJ: 48°C/min; 51-5AJ: 43°C/min; 52-2AJ: 70°C/min; 52-5AJ: 41°C/min). Lorsque le cuivre est allié, la trempabilité augmente significativement avec la teneur en cuivre allié pour la XP36SP2, la MP51FM et la MP52(36-2AL: 64°C/min; 36-10AL: 12°C/min; 51-2AL: 37°C/min; 51-5AL: 11°C/min; 52-2AL: 41°C/min; 52-5AL: 13°C/min). À teneur égale de cuivre, 2%, 5% ou 10%, lorsque le cuivre est allié, la trempabilité est améliorée comparativement à lorsque le cuivre est ajouté. La seule poudre qui n'est pas beaucoup affectée par la technique d'alliage ou la teneur en cuivre est la MP58FM₍₅₎(58-2AJ: 35°C/min; 58-5AJ: 21°C/min; 58-5AL: 21°C/min). Un des pro-

blèmes majeurs de l'alliage du cuivre dans les poudres est la diminution de la compressibilité. Plus la teneur en cuivre allié augmente, plus la compressibilité diminue. Il est possible d'améliorer la compressibilité de ces mélanges en effectuant un recuit sur les poudres. Plus la teneur en cuivre allié est élevée, plus le recuit améliore la compressibilité (MP52+2Cu-AL : 6,59g/cm³; MP52+2Cu-AR : 6,68g/cm³; MP52+10Cu-Al : 6,28g/cm³; MP52+10Cu-AR : 6,74g/cm³; 40tsi/552MPa et granulométrie de la 1000B*). Les teneurs élevées en cuivre ajouté ou allié présentent cependant, comme mentionné précédemment, des propriétés mécaniques relativement faibles (MP52+10%Cu allié: ténacité = 4,1 J et $R_m = 373$ MPa; MP52+10%Cu ajouté: ténacité = 4,5 J et $R_m = 386$ MPa).

Les propriétés mécaniques sont le dernier aspect qui a été étudié sur les poudres autotrempanes. Le tableau 8.3 présente une synthèse des propriétés mécaniques des poudres et mélanges étudiés. Tout au long de ce mémoire, des poudres autotrempanes à compressibilités améliorées ont été développées. L'évaluation des propriétés mécaniques est une partie essentielle puisque l'utilisation des poudres autotrempanes est généralement destinée à la fabrication des pièces à propriétés mécaniques élevées. La dureté ne semble pas être un problème pour les mélanges étudiés, dans la mesure où le taux de refroidissement est suffisamment élevé. La dureté est supérieure à 30HRC pour tous les mélanges présentant une microstructure martensitique et ne contenant pas 10%Cu. Pour la ténacité, la plupart des mélanges présentent des valeurs équivalentes ou plus élevées (9 à 12 J) comparativement aux valeurs de poudres standards de composition chimique semblables. Pour la résistance à la traction, la réalisation des essais s'est révélée problématique, car la rupture des échantillons se produisait près des extrémités où il y a concentration de contrainte. Les valeurs de résistance à la traction sont donc des sous-estimations des valeurs réelles et il est difficile de statuer sur les valeurs réelles. Cependant, quelques mélanges (P08-R: MP52FM +2%Ni +0,6%C; P12-R: MP52 +2%Cu allié + 0,6%C; P16-R: MP52 +2%Cu +0,6%C) présentent des valeurs de résistance à la traction (P08-R: 631MPa; P12-R et P16-R : 611 MPa) comparables aux valeurs les plus faibles des poudres standards (FLC-4608: 536 MPa; FLNC-4408 : 629 MPa). Il est raisonnable de croire que les valeurs

Tableau 8.3 : Tableau synthèse des propriétés mécaniques des poudres autotrepantes ($\rho_{\text{cu}}=6,8\text{g/cm}^3$, Cond. frit.: 1120°C 20min.)

Poudre					Propriété des mélanges				Propriétés mécaniques				
Nom	Composition ¹				Trait A ²	Cu ¹	Ni ¹	C ¹⁻³	Trait B ⁴	Ténacité		Traction	
	Mo	Ni	Cu	V						Dur ⁵	Tén ⁶	Dur ⁷	Rm ⁸
51FM	0,7	0	0	0	-	2	0	0,8	T-R	37,3	5,6	-	-
51FM	0,7	0	0	0	-	2	0	0,6	T-R	33,1	6,8	24,2	383
59FM	1,3	0,5	0	0	-	2	0	0,6	T-R	31,2	7,7	22,5	394
52FM	0,7	0,5	0	0	-	2	0	0,6	T-R	33,1	10,4	26,2	460
58FM _(S)	1,3	0,5	0	0,55	-	2	0	0,8	T-R	37,4	6,8	-	-
58FM _(S)	1,3	0,5	0	0,55	-	0	2	0,6	T	35,7	8,8	-	-
58FM _(S)	1,3	0,5	0	0,55	-	0	2	0,6	T-R	34,3	10,2	26,5	539
58FM _(S)	1,3	0,5	0	0,55	-	0	2	0,6	T-R-HT	20,1	7,2	-	-
58FM _(S)	1,3	0,5	0	0,55	-	0	2	0,6	B	12,9	8,6	-	-
58FM _(S)	1,3	0,5	0	0,55	-	0	2	0,6	B-R	9,5	8,4	-	-
58FM _(S)	1,3	0,5	0	0,55	-	0	2	0,6	B-R-HT	8,7	7,7	-	-
58FM _(S)	1,3	0,5	0	0,55	-	0	2	0,8	T-R	39,9	7,5	-	-
52FM	0,7	0,5	0	0	-	0	2	0,6	T	35,1	9,0	-	-
52FM	0,7	0,5	0	0	-	0	2	0,6	T-R	32,9	11,3	20,1	631
52FM	0,7	0,5	0	0	-	0	2	0,6	T-R	17,1	9,3	-	-
52FM	0,7	0,5	0	0	-	0	2	0,6	B	8,2	10,6	-	-
52FM	0,7	0,5	0	0	-	0	2	0,6	B-R	6,1	11,8	1,8	452
52FM	0,7	0,5	0	0	-	0	2	0,6	B-R-HT	3,8	10,6	-	-
52FM	0,7	0,5	0	0	-	0	2	0,8	T-R	39,6	9,7	32,0	529
51FM	0,7	0	2	0	Cu allié	0	0	0,6	T-R	33,4	8,6	-	-
51FM	0,7	0	0	0	-	10	0	0,6	T-R	22,2	5,0	-	-
52	0,7	0,5	2	0	Cu allié	0	0	0,6	T-R	35,6	11,3	28,1	611
52	0,7	0,5	10	0	Cu allié	0	0	0,6	T-R	31,9	4,1	26,2	373
52	0,7	0,5	0	0	-	10	0	0,6	T-R	23,0	4,5	16,6	386
52	0,7	0,5	0	0	-	2	0	0,8	T-R	38,8	8,8	-	-
52	0,7	0,5	0	0	-	2	0	0,6	T-R	34,9	11,5	26,5	611
36SP2	0,7	0	10	0	Cu allié	0	0	0,6	T-R	26,2	3,6	-	-

¹ Les valeurs sont en %poids

² Traitement thermique d'alliage pour le cuivre si applicable

³ Teneur en carbone dans l'échantillon frittée

⁴ Traitements thermiques après frittage (T: Trempé; B: Bainitique; R: Revenu à 204°C; R-HT: Revenu à 482°C)

⁵ Dureté (Rockwell C) des échantillons utilisés pour évaluer la ténacité

⁶ Ténacité Charpy (J)

⁷ Dureté (Rockwell C) des échantillons utilisés pour évaluer la résistance à la traction

⁸ Résistance maximale à la traction (MPa)

réelles pourraient se situer dans la moyenne des valeurs des poudres standards (536 MPa à 879 MPa).

Les buts de ce mémoire étaient d'étudier différents paramètres et de développer de nouvelles poudres autotrempantes pour obtenir des poudres qui présentent une bonne compressibilité, une bonne autotrempabilité et de bonnes propriétés mécaniques. Néanmoins, il est évident que le choix d'une poudre autotrempante est de trouver le meilleur compromis entre la compressibilité, l'autotrempabilité et les propriétés mécaniques en fonction de l'application visée.

La chimie des poudres et des mélanges est un des points cruciaux des poudres autotrempantes. Les résultats des essais nous ont permis d'identifier les points importants influençant les propriétés des poudres et des pièces. Toutefois, le travail d'optimisation de tous les paramètres étudiés reste relativement important et plusieurs points nécessitent de nouveaux travaux pour une bonne compréhension de tous ces facteurs.

RÉFÉRENCES

ARCHER, R.S., BRIGGS, J.Z. et LOEB, C. M. *Molybdene : aciers, fontes, alliages*. Zürich : Climax Molybdenum Co. (1948). 409p.

ASM HANDBOOK, Properties and Selection : Iron, Steels, and High Performance Alloys : *High-Strength Structural and High-Strength Low-Alloy Steels*. Materials Park. Ohio. ASM. Vol. 1. (1990). pp.389-423.

ASTM STANDARDS. Standard A255 : *Standard Test Method for Determining Hardenability of Steel*. ASTM, West Conshohocken, PA. (2004). pp.33 à 56.

BAÏLON, J.P., DORLOT, J.M. et MASOUNAVE J. *Des Matériaux*. 2ème ed. Montréal : Éditions de l'École Polytechnique de Montréal. (1986). 474p.

BAIN, E.C. et PAXTON, H.W. *Les éléments d'addition dans l'acier*. Paris : Dunod. (1968). 270p.

BARAN. M.C., GRAHAM, A.H., DAVALA, A.B., CAUSTON, R.J. et SCHADE C. *Advances in Powder Metallurgy - 1999: proceedings of the 1999 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials - PM2TEC (1999)*. BC Canada. Vancouver. 1999.

BHADESIA, H.K.D.H. *Bainite in Steels*. The institute of Materials. London. (1992). 444p.

BLAIS, C., SERAFINI, R.E. Jr. Furnace Atmosphere optimization for sinter-hardening. *Advances in Powder Metallurgy - 2001: proceedings of the 2001 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials - PM2TEC 2001*. New Orleans, Louisiana. (2001). Vol. 5. pp57-72.

CHAGNON, F. et TRUDEL, Y. Effect of Copper Additions on properties of 1.5%Mo Sintered Steels. *Advances in Powder Metallurgy - 2002: proceedings of the 2002 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials - PM2TEC 2002*. ORLANDO. Florida. (2002). Vol. 13. pp73-82.

DE REGE, Amédéo. Production of Iron Powder. ASM Handbook Volume 07: *Powder Metal Technologies and Applications*. American Society for Metals. Materials Park, Ohio. (1998). p119

DUCHESNE, Éric. Caractérisation de l'autotrempabilité des pièces fabriquées par métallurgie des poudres et étude de l'effet des variables du matériau et du procédé. (2002). 227p. Mémoire de Maîtrise, Département de Génie des Matériaux, École Polytechnique de Montréal.

ENGSTRÖM, U., MCLELLAND, J. et MAROLI B. Effect of Sinter-Hardening on the Properties of High Temperature Sintered PM Steels. *Advances in Powder Metallurgy - 2002: proceedings of the 2002 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials - PM2TEC 2002*. Orlando. Florida. (2002). Vol. 13. pp1-13

GERMAN, Randall M. *Powder metallurgy science*. 2ème ed. Metal Powder Industries Federation. Princeton. (1994). 472p.

GERMAN, R.M. *Powder metallurgy of iron and steel*. New York ; Toronto : Wiley. (1998). 496p.

GROSSMANN, M.A. *Elements of Hardenability*. American Society for Metals. Cleveland. (1952). 164p.

JAMES, Brian W. What is Sinter-Hardening?. *Advances in Powder Metallurgy - 1998: proceedings of the 1998 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials - PM2TEC 1998*, 31 Mai - 4 Juin, Las Vegas, Nevada, compilé par Oakes, J.J. Metal Powder Industries Federation. Princeton, NJ. (1998).

JULIEN, Benoît. Développement de poudres d'acier autotrempantes à compressibilité améliorée. (2001). 237p. Mémoire de Maîtrise, Département de Génie des Matériaux, École Polytechnique de Montréal.

JULIEN, Benoît. Rapport interne du Centre de Caractérisation Microscopique des Matériaux, (CM)² (2003). Non-publié.

LINDBERG, C. Manganese Containing Materials Having High Tensile Strength, United States Patent #5969276. (1999). 10p.

MEYERS, M.A, et CHAWLA, K.K. *Mechanical Metallurgy - Principles and applications*. New Jersey. Prentice-Hall. (1984). 761p.

MPIF STANDARDS. *Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products*. Princeton. New Jersey. Standards #10-40-41-45. (2002). 113p.

MPIF STANDARD 35. *Materials Standards for P/M Structural Parts 2003 edition*. Princeton, New Jersey, (2003), 60p.

MURRAY, Pascal. Caractérisation Chimique de la Poudre de Fer 58FM. (2002). 27p. Rapport de projet du cours MET6104 : Technique avancées de caractérisation des matériaux.

OFFICE DE LA LANGUE FRANÇAISE. Le grand Dictionnaire Terminologique. [En ligne]. <http://www.granddictionnaire.com> (Page consultée le 15 septembre 2004)

PLAMONDON, P. Contribution à la compréhension des facteurs influençant la compressibilité et l'usinabilité de poudres d'acier. (2001). 180p. Mémoire de Maîtrise, Département de Génie des Matériaux, École Polytechnique de Montréal.

SIEBERT, Clarence A., DOANE, Douglas V. et BREEN, Dale H. *The Hardenability of Steels - Concepts, Metallurgical Influences, and Industrial Applications*. American Society for Metals. Metal Park. Ohio. (1977). 218p.

SKENA, C., PRUCHER, T., CZARNEK, R. and JO, J.M. Hardenability Characteristics of P/M Alloy Steels. *Int. J. Powder Metall.*, (1997). vol. 33, no. 7

ST-LAURENT, S., CHAGNON, F. et POIRIER, J. Selecting Low Alloy Mo Steel Powders for High Performance Applications. *Advances in Powder Metallurgy - 2003: proceedings of the 2003 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials - PM2TEC 2003*. Las Vegas. Nevada. Metal Powder Industries Federation. Princeton, NJ. (2003). vol. 7. pp80-93.

TRUDEL Y., GAGNÉ M. et RACICOT F. Design Criteria for the Manufacturing of Low Alloy Steel Powders. *Advances in Powder Metallurgy*. Vol. 5. (1991). pp 45-58

UNIVERSITY OF LIVERPOOL. Materials Science and Engineering. [en ligne]. aluminium.matter.org.uk/content/html/eng/default.asp?CATID=71&PAGEID=103627566.

(Page consultée le 15 septembre 2004)

UNIVERSITY OF LOUISIANA AT LAFAYETTE. Processing of Powder Metals, Ceramics, Glass and Superconductors. [En ligne]. www.uclou.louisiana.edu/~snd7483/MCHE365/17.ppt (Page consultée le 10 septembre 2004)

WITOLD, W.Cias. *Austenite Transformation Kinetics of Ferrous Alloys*. Climax Molybdenum Company. Greenwich. Connecticut. 83p.